



TESIS -TK 185401

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI GEL KOMPOSIT
STARCH-GRAFT-ACRYLIC ACID/BENTONITE
DENGAN BAHAN JARINGAN
N,N-METHYLENEBISACRYLAMIDE UNTUK EOR**

TRIAS AYU LAKSANAWATI
02211650012001

DOSEN PEMBIMBING
Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2019



THESIS -TK 185401

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF
COMPOSITE GEL STARCH-GRAFT-ACRYLIC ACID /
BENTONITE USING CROSSLINKER N,N-
METHYLENEBISACRYLAMIDE FOR EOR**

TRIAS AYU LAKSANAWATI
02211650012001

SUPERVISOR
Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

MASTER PROGRAM
PROCESS TECHNOLOGY
DEPARTMENT OF CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2019

LEMBAR PERSETUJUAN

Tesis dengan judul:

**Sintesis dan Karakterisasi Gel Komposit *Starch-Graft-Acrylic Acid/Bentonite*
dengan Bahan Jaringan N,N-Methylenabisacrylamide untuk EOR**

yang disusun oleh :

Trias Ayu Laksanawati 02211650012001

telah diperiksa dan disetujui oleh dosen pembimbing :

Dosen Pembimbing



Dr.Ir.Sumarno, M.Eng
NIP. 1964 0608 1991 02 1001

**Mengetahui,
Kepala Laboratorium Teknologi Material**



Dr.Ir.Sumarno, M.Eng
NIP. 1964 0608 1991 02 1001

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

SINTESIS DAN KARAKTERISASI GEL KOMPOSIT *STARCH-GRAFT-ACRYLIC ACID/BENTONITE* DENGAN BAHAN JARINGAN N,N-METHYLENEBISACRYLAMIDE UNTUK EOR

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Magister Teknik (M.T.)

di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :



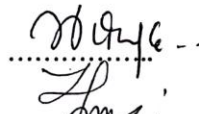
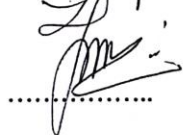
Trias Ayu Laksanawati

NRP. 02211650012001

Tanggal Ujian : 17 Januari 2019

Periode Wisuda : Maret 2019

Disetujui oleh:

- | | | |
|--|--------------|---|
| 1. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
NIP. 19640608 199102 1 001 | (Pembimbing) |  |
| 2. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc
NIP. 19510804 197412 1 001 | (Penguji 1) |  |
| 3. Dr. Widiyastuti, ST., M.T.
NIP. 19750306 200212 2 002 | (Penguji 2) |  |
| 4. Dr. Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S.
NIP. 19841023 200912 2 009 | (Penguji 3) |  |



Dekan Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Dr. Bambang Lelono Widjiantoro, ST., M.T
NIP. 19690507 199512 1 001

SINTESIS DAN KARAKTERISASI GEL KOMPOSIT *STARCH-GRAFT-ACRYLIC ACID/BENTONITE* DENGAN BAHAN JARINGAN N,N-METHYLENEBISACRYLAMIDE UNTUK EOR

Disusun oleh : Trias Ayu Laksanawati (02211650012001)
Dosen Pembimbing : Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

ABSTRAK

Pengambilan minyak bumi dari *reservoir* dilakukan dengan teknik produksi primer yaitu memanfaatkan tekanan alami dari dalam *reservoir*. Namun, semakin lama tekanan *reservoir* mengalami penurunan akibatnya minyak bumi tidak dapat diproduksi lagi. Untuk menggantikan tekanan yang hilang, maka dilakukan teknik produksi sekunder dengan menginjeksikan air ke dalam *reservoir*. Pada kasus *heavy oil*, injeksi kedalam sumur minyak akan menerobos minyak dan lebih dahulu keluar ke permukaan akibatnya air yang keluar semakin meningkat. Penggunaan air dalam *reservoir* dapat dikontrol dengan teknik produksi tersier. *Enhanced Oil Recovery* (EOR) merupakan teknik produksi tersier salah satunya dengan menginjeksikan polimer dalam *reservoir*. Polimer gel dapat digunakan untuk mengontrol penggunaan air dalam *reservoir* yaitu mengurangi permeabilitas relative, meningkatkan viskositas air dan menurunkan mobilitas air sehingga menghasilkan penyapuan minyak yang meningkat. Penggunaan polimer gel untuk EOR masih membutuhkan penyempurnaan dalam hal penyerapan air, kekuatan mekanik, dan ketahanan termal. Bentonit sebagai *filler* yang disusupkan pada polimer gel berguna untuk memperbaiki kemampuan kapasitas penyerapan air, stabilitas termal dan mekanik dalam jangka panjang. Tahap proses polimerisasi *grafting* pada penelitian ini merupakan pendekatan baru terhadap tahap sebelumnya yaitu dengan perlakuan awal gelatinasi *starch* lalu dicampurkan dengan *acrylic acid* dan bentonit agar distribusi bentonit lebih cepat merata. KPS sebagai inisiator untuk memulai reaksi *grafting* dan kemudian penambahan bahan jaringan (MBA) yang sudah dilarutkan untuk memulai reaksi *crosslink*. Pengaruh konsentrasi Na-bentonit, konsentrasi MBA dan *starch* : *acrylic acid* terhadap kapasitas penyerapan air, waktu gelasi, kekuatan mekanik, dan ketahanan termal dipelajari. Dari hasil FTIR, NMR, XRD, dan SEM dapat diketahui bahwa produk gel komposit berhasil disintesis menggunakan kopolimerisasi *grafting*. Kapasitas penyerapan air terbesar yaitu 309,1 gr/gr dan 173 ml/ml saat komposisi *starch* : *acrylic acid* yaitu 1:3, konsentrasi KPS 1,25%wt, MBA 1,5%wt, dan bentonit 2%wt. Dari hasil analisa DSC dapat diketahui stabilitas termal gel komposit meningkat dengan meningkatnya konsentrasi bentonit. Gel komposit St-g-AA/B dapat diaplikasikan pada suhu reservoir dibawah 165,7°C. Gel yang paling optimum digunakan untuk aplikasi EOR yaitu gel dengan kode C (*flowing gel*). Sedangkan kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B terbesar yaitu 0,0672 MPa pada konsentrasi gel komposit 0,5% w/v.

Kata kunci : *Enhanced oil recovery* (EOR), polimer gel, bentonit, *grafting*, *crosslink*

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF COMPOSITE GEL STARCH-GRAFT-ACRYLIC ACID / BENTONITE USING CROSSLINKER N,N-METHYLENEBISACRYLAMIDE FOR EOR

By : Trias Ayu Laksanawati (02211650012001)
Supervisor : Dr. Ir. Sumarno, M.Eng

ABSTRACT

The extraction of petroleum from the reservoir is carried out by primary production techniques which utilize natural pressure from the reservoir. However, the longer of reservoir pressure decreases as a result of which oil cannot be produced anymore. To replace the lost pressure, a secondary production technique is carried out by injecting water into the reservoir. In the case of heavy oil, injection into the oil well will break through the oil and first come out to the surface as a result of the water out increases. The use of water in a reservoir can be controlled by tertiary production techniques. Enhanced Oil Recovery (EOR) is a tertiary production technique, one of which is injecting polymers in the reservoir. Gel polymers can be used to control water in the reservoir, which is to reduce relative permeability, increase water viscosity and reduce water mobility resulting in increased oil sweeping. The use of gel polymers for EOR still requires improvement in terms of water absorbency, mechanical strength, and thermal resistance. Bentonite as a filler infiltrated on gel polymers is useful for improving the ability of water absorbency, thermal and mechanical stability in the long term. The phase of graft copolymerization process in this study is a new approach to the previous stage, namely by initial treatment of starch gelatination and then mixed with acrylic acid and bentonite so that the distribution of bentonite is more evenly distributed. KPS as an initiator to start the grafting reaction and then add the crosslinker (MBA) that has been dissolved to start the crosslink reaction. Effect of Na-bentonite concentration, MBA concentration, and starch:acrylic acid on water absorbency, gelation time, mechanical strength, and thermal resistance were studied. From the results of FTIR, NMR, XRD, and SEM it can be seen that composite was successfully synthesized using graft copolymerization. The largest water absorbency were 309,1 gr/gr and 173 ml/ml when the composition of starch: acrylic acid = 1: 3, KPS 1,25%wt, MBA 1,5%wt, and bentonite 2%wt. From the results of DSC analysis, it can be seen that the thermal stability of the composite gel increases with increasing bentonite concentration. Composite gel St-g-AA/B can be applied at reservoir temperatures below 165,7°C. The most optimum gel is used for EOR application, namely gel with code C (flowing gel). While the largest mechanical strength of the St-g-AA/B composite gel was 0,0672 MPa at the composite gel concentration of 0,5% w/v.

Keywords: Enhanced oil recovery (EOR), polymer gel, bentonite, grafting, crosslink

KATA PENGANTAR

Segala puji dan syukur atas kehadiran Tuhan YME karena berkat Rahmat dan karunia-Nya yang telah memberi segala kemudahan dan kekuatan kepada penulis, sehingga penulis dapat menyelesaikan penyusunan laporan tesis yang berjudul **"Sintesis dan Karakterisasi Gel Komposit *Starch-Graft-Acrylic Acid/Bentonite* dengan Bahan Jaringan *N,N*-Methylenebisacrylamide untuk EOR"** yang merupakan salah satu syarat kelulusan bagi mahasiswa pascasarjana Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.

Keberhasilan penulisan laporan tesis ini tidak lepas dari dorongan dan bimbingan dari berbagai pihak. Untuk itu dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih yang setulus-tulusnya kepada :

1. Suami dan kedua orang tua serta keluarga atas doa, dukungan, perhatian dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini
2. Bapak Dr. Juwari, ST, M.Eng selaku Ketua Departemen Teknik Kimia FTI Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
3. Bapak Dr. Tantular Nurtono, ST., M.Eng selaku Koordinator Prodi Pascasarjana Teknik Kimia FTI Institut Teknologi Sepuluh Nopember
4. Bapak Dr. Ir. Sumarno, M. Eng. selaku Dosen Pembimbing dan Kepala Laboratorium Teknologi Material atas bimbingan dan saran yang telah diberikan.
5. Bapak Prof. Dr. Ali Altway, M.Sc; Ibu Dr. Widiyastuti, ST., M.T.; dan Ibu Eva Oktavia Ningrum, S.T., M.S. selaku dosen penguji atas kritik, saran, dan masukan yang telah diberikan.
6. Seluruh anggota Laboratorium Teknologi Material yang telah membantu dan menemani selama di laboratorium.
7. Teman – teman seangkatan pascasarjana atas kebersamaan dan bantuannya selama dua tahun ini
8. Semua pihak yang telah membantu penyelesaian laporan ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Semoga segala kebaikan dan keikhlasan yang telah diberikan mendapatkan balasan dari Tuhan YME. Penulis mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun demi kesempurnaan dan untuk penelitian di masa yang akan datang. Semoga laporan ini dapat memberikan kontribusi yang bermanfaat bagi penulis dan pembaca khususnya.

Surabaya, Januari 2019

Penyusun

DAFTAR ISI

LEMBAR PERSETUJUAN.....	i
LEMBAR PENGESAHAN TESIS.....	ii
ABSTRAK.....	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI.....	vii
DAFTAR GAMBAR.....	ix
DAFTAR TABEL.....	xi
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	4
1.3 Tujuan Penelitian.....	5
1.4 Manfaat Penelitian.....	5
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 <i>Enhanced Oil Recovery</i> (EOR).....	7
2.2 Prinsip Polimer Gel untuk EOR.....	9
2.3 <i>Starch</i> (Pati).....	10
2.4 <i>Acrylic Acid</i> (Asam Akrilat).....	12
2.5 N,N'-Methylenbisacrylamide sebagai Bahan Jaringan	13
2.6 Kalium Persulfate ($K_2S_2O_8$) sebagai Inisiator	13
2.7 Bentonit.....	14
2.7.1 Jenis – jenis Bentonit.....	15
2.7.2 Sifat Fisika dan Kimia Bentonit.....	16
2.8 Pencangkokan (<i>grafting</i>).....	19
2.9 Ikatan Silang (<i>Crosslink</i>).....	20
2.10 Polimer Gel (Hydrogel).....	21
2.11 Komposit.....	23
BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN	
3.1 Skema Garis Besar Penelitian.....	25
3.2 Bahan.....	25
3.3 Peralatan Penelitian.....	27

3.4 Variabel Penelitian.....	28
3.5 Prosedur Penelitian.....	28
3.6 Penentuan Kapasitas Penyerapan Air.....	31
3.7 Analisa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit.....	32
BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN	
4.1 Sintesis Gel Komposit Starch-Graft-Acrylic Acid/Bentonite (St-g-AA/B).....	35
4.2 Analisa Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR).....	40
4.3 Analisa <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> (NMR).....	46
4.4 Analisa Scanning Electron Microscope (SEM)	49
4.5 Analisa <i>X-ray Diffraction</i> (XRD)	51
4.6 Stabilitas Termal Gel Komposit St-g-AA/B dengan Analisa <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (DSC).....	52
4.7 Pengaruh Konsentrasi Bahan Jaringan (MBA) terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	56
4.8 Pengaruh Konsentrasi Bentonit terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	58
4.9 Pengaruh Rasio Acrylic Acid dan Starch terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	60
4.10 Pengaruh Konsentrasi Gel terhadap Waktu Gelasi dan Kekuatan Mekanik Gel Komposit St-g-AA/B.....	61
4.11 Pengaruh Suhu Gel terhadap Waktu Gelasi dan Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B.....	64
BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN	
5.1 Kesimpulan	67
5.2 Saran.....	68
DAFTAR PUSTAKA.....	xiii
LAMPIRAN	

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Mekanisme <i>Chemical Flooding</i>	8
Gambar 2.2	Mekanisme <i>Miscible Flooding</i>	8
Gambar 2.3	Mekanisme <i>Thermal Recovery</i>	9
Gambar 2.4	Struktur Amilosa dan Amilopektin	11
Gambar 2.5	Struktur Molekul Methylenebisacrylamide.....	13
Gambar 2.6	Struktur Kristal Montmorillonit.....	18
Gambar 2.7	Mekanisme Reaksi <i>Grafting Acrylic Acid</i> pada <i>Starch</i>	20
Gambar 2.8	Mekanisme Hidrasi Polimer Gel.....	22
Gambar 2.9	Mekanisme <i>Swelling</i> Polimer Gel.....	22
Gambar 3.1	Skema Garis Besar Penelitian.....	25
Gambar 3.2	Peralatan Sintesa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit.....	27
Gambar 3.3	Skema Sintesa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit	30
Gambar 3.4	Rangkaian Alat Uji Kekuatan Gel.....	34
Gambar 4.1	Mekanisme Reaksi Polimerisasi <i>Grafting Crosslink</i>	40
Gambar 4.2	Spektrum FTIR untuk <i>Starch</i>	40
Gambar 4.3	Spektrum FTIR untuk <i>Acrylic Acid</i>	41
Gambar 4.4	Spektrum FTIR untuk Bahan Jaringan MBA.....	41
Gambar 4.5	Spektrum FTIR untuk Bentonit.....	42
Gambar 4.6	Spektrum FTIR <i>Starch</i> , <i>Acrylic Acid</i> , MBA, Bentonit dan Gel Komposit St-g-AA/B.....	43
Gambar 4.7	Spektrum FTIR Gel Komposit St-g-AA/B pada Konsentrasi Bentonit (a) 0,5%wt; (b) 2%wt; dan (c) 3,5%wt.....	44
Gambar 4.8	Spektrum ¹ H NMR pada <i>Starch-graft-Acrylic Acid</i>	46
Gambar 4.9	Spektrum ¹³ C NMR pada <i>Starch-graft-Acrylic Acid</i>	48
Gambar 4.10	Mikrograf (a) <i>Starch</i> (b) Bentonit (c) Produk Gel Komposit St-g-AA/B dengan Bentonit 2% wt; dan (d) Produk Gel Komposit St-g-AA/B dengan Bentonit 3%wt	49
Gambar 4.11	Grafik XRD dari (a) <i>Starch</i> ; (b) Bentonit ; dan (c) Gel Komposit St-g-AA/B.....	51
Gambar 4.12	Grafik Analisa DSC <i>Starch</i> dan Gel Komposit St-g-AA/B....	53

Gambar 4.13	Grafik Analisa DSC Gel Komposit St-g-AA/B dengan Variasi Bentonit.....	55
Gambar 4.14	Pengaruh Konsentrasi Bahan Jaringan (MBA) terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	56
Gambar 4.15	Pengaruh Konsentrasi Bentonit terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	58
Gambar 4.16	Pengaruh Rasio <i>Acrylic Acid</i> : <i>Starch</i> terhadap Kapasitas Penyerapan Air.....	60
Gambar 4.17	Pengaruh Konsentrasi Gel terhadap Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B.....	63
Gambar 4.18	Pengaruh Suhu Gel terhadap Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B.....	65

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Spesifikasi Polimer Gel untuk EOR.....	10
Tabel 2.2	Kandungan Pati dalam berbagai Bahan Pangan.....	12
Tabel 2.3	Perbedaan Sifat Na-Bentonit dan Ca-Bentonit.....	16
Tabel 2.4	Komposisi Kimia Bentonit.....	19
Tabel 4.1	Pengaruh Konsentrasi Gel Komposit St-g-AA/B terhadap Waktu Gelasi	62
Tabel 4.2	Pengaruh Suhu Gel St-g-AA/B terhadap Waktu Gelasi.....	65

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Kebutuhan energi dari tahun ke tahun semakin meningkat dengan bertambahnya jumlah penduduk. Saat ini, kebutuhan energi sebagian besar masih dipasok dari energi yang berasal dari fosil yaitu minyak bumi. Pengambilan minyak bumi dari dalam sumur minyak (*reservoir*) awalnya dilakukan dengan teknik produksi primer (*primary recovery*). Teknik produksi primer dilakukan secara alamiah (*natural flow*) karena memanfaatkan tekanan yang besar dari dalam sumur minyak itu sendiri. Dengan semakin menurunnya cadangan minyak bumi dan tekanan alami yang terdapat dalam sumur minyak mengakibatkan minyak bumi tidak dapat diproduksi lagi secara alami. Untuk itu diperlukan energi dan tekanan tambahan untuk mendorong minyak keluar dari sumur minyak ke permukaan. Untuk menggantikan tekanan yang hilang pada teknik produksi primer maka dilakukan teknik produksi sekunder (*secondary recovery*) yaitu dengan menginjeksikan air ke dalam sumur minyak (*water flooding*). Injeksi air dilakukan untuk menjaga tekanan sumur minyak dan mendorong minyak ke permukaan. Namun untuk kasus *heavy oil*, penggunaan *water flooding* tidak dapat mengangkat minyak bumi ke permukaan dengan maksimal karena air yang diinjeksikan kedalam sumur minyak akan menerobos minyak dan lebih dahulu keluar ke permukaan akibatnya air yang keluar semakin meningkat (Liu dkk, 2010). Selain itu penggunaan air dalam jumlah banyak akan menyebabkan beberapa masalah diantaranya meningkatkan korosi dan meningkatkan masalah lingkungan sehingga mengarah pada penutupan awal *reservoir* yang masih mengandung minyak dalam jumlah besar (Bai dkk, 2007).

Enhanced oil recovery (EOR) merupakan teknik produksi tersier (*tertiary recovery*) yang dilakukan untuk meningkatkan perolehan minyak bumi dari dalam *reservoir*, salah satunya dengan menginjeksikan bahan kimia (*chemical flooding*). *Chemical flooding* salah satunya dengan menginjeksikan larutan polimer (polimer+air) kedalam *reservoir*. Material ini dapat digunakan untuk mengontrol penggunaan air dalam *reservoir* yaitu dengan meningkatkan viskositas air,

mengurangi permeabilitas relative (Singh and Mahto, 2016) dan dapat menurunkan mobilitas air sehingga dapat mendorong minyak keluar ke permukaan. Teknik ini mampu menghasilkan penyapuan yang meningkat dibandingkan penggunaan injeksi air saja (Abidin dkk, 2012). Polimer gel merupakan jaringan polimer tiga dimensi yang bersifat hidrofilik sehingga mampu mengabsorpsi air serta menahannya dalam jumlah yang besar (Ma dkk, 2015). Polimer sintetis dengan crosslink dan biopolimer umumnya digunakan untuk aplikasi EOR. Polimer sintetis dengan crosslink memiliki sifat tidak tahan terhadap suhu tinggi dan tergantung pada bahan baku terbarukan. Biopolimer memiliki ketahanan terhadap suhu tinggi akan tetapi harganya mahal (Abidin dkk, 2012).

Penggunaan polimer sintetis untuk EOR yang dibuat dari *crosslinker* (N’N-methylenebisacrylamide atau kromium triasetat) dan biopolimer (xhantan gum) telah terbukti mampu meningkatkan produksi minyak bumi (Aalaie dkk, 2008). Kopolimerisasi merupakan metode untuk memodifikasi struktur polimer alami sehingga memiliki sifat yang cocok untuk aplikasi seperti flokulan (Ghorai dkk, 2013), aplikasi medis (Namazi dan Belali, 2015) dan pengambilan minyak bumi dari *reservoir* (Singh dan Mahto, 2016). Kopolimer graft dari bahan-bahan tersebut dan sejenisnya memiliki struktur jaringan hidrofilik tiga dimensi. *Starch* sangat potensial digunakan sebagai polimer alami dalam pembuatan polimer gel karena tersedia melimpah, murah serta ramah lingkungan (*biodegradable*) (Singh dan Mahto 2016). Untuk meningkatkan kapasitas penyerapan air, stabilitas termal dan mekanik ditambahkan bentonit. Bentonit yang disusupkan pada polimer gel dapat berguna untuk memperbaiki sifat fisik dari polimer gel seperti memiliki kemampuan kapasitas penyerapan air tinggi, stabilitas termal dan mekanik yang lebih baik dalam jangka panjang (Syuhada, 2009).

Pada skala laboratorium, beberapa percobaan sintesis polimer gel komposit dengan bentonit telah dilakukan untuk memperbaiki sifat penyerapan air, stabilitas termal, dan mekanik. Ren dkk (2012) melakukan penelitian tentang pembuatan polimer gel yang dapat diterapkan untuk EOR dengan menggunakan *starch* sebagai *backbone* yang dicangkok dengan monomer *acrylic acid* dan *acrylamide* menggunakan bahan jaringan N’N-methylenebisacrylamide. Dari hasil penelitian didapatkan kapasitas penyerapan terhadap air sebesar 699 g/g. Kulkarni, dkk

(2014) melakukan penelitian tentang pembuatan polimer gel dari poly(asam akrilat)/starch menggunakan bentonit untuk meningkatkan daya serap air. Penelitian ini melaporkan bahwa daya serap air maksimal 725 g/g dan daya serap maksimal dalam larutan garam 0,2% sebesar 640 g/g. Adair, dkk (2017) melakukan penelitian tentang pembuatan polimer gel dari Hydroxyethyl cellulose dengan menggunakan crosslinker tanpa menggunakan bentonit (SAPs) serta menggunakan bentonit (SAPCs). Hasilnya menunjukkan bahwa kapasitas penyerapan maksimal untuk SAPs 426 g/g sedangkan untuk SAPCs sebesar 538 g/g. Hal ini menunjukkan dengan menggunakan bentonit kapasitas penyerapan air meningkat. Li An dkk (2005) melakukan penelitian tentang pembuatan superabsorbent dari starch, acrylic acid, dan attapulgate dengan menggunakan APS sebagai inisiator dan MBA sebagai crosslinker. Penelitian ini mempelajari pengaruh rasio berat AA terhadap pati, konsentrasi monomer awal, derajat netralisasi AA, jumlah *crosslinker*, inisiator dan attapulgate terhadap kapasitas penyerapan. Kapasitas penyerapan tertinggi dengan konsentrasi attapulgate 10 wt% menunjukkan penyerapan 1077 g H₂O / g dalam air dan 61 g H₂O / g dalam larutan NaCl 0,9 wt%. Bhattacharya dkk (2011) melakukan penelitian tentang pembuatan superabsorbent polimer dari xanthan gum dan poli asam akrilat yang dimodifikasi dengan bentonit dan mempelajari pengaruh penggunaan bentonit terhadap mengembangnya hydrogel dalam air dan larutan garam. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa modifikasi bentonit tidak hanya meningkatkan kemampuan mengembang tetapi juga kemampuan mempertahankan air yang telah diserap. Selain itu Singh dan Mahto (2016) melakukan penelitian tentang pembuatan nanokomposit hydrogel dari *polyacrylamide/starch/clay* dengan mempelajari kekuatan mekanik gel, waktu gelasi, stabilitas termal dan kemampuan flooding dari polimer gel tanpa menggunakan bentonit dan *starch* dan menggunakan bentonit dan *starch*. Hasil dari penelitian tersebut didapatkan bahwa polimer gel dengan bentonit dan starch dengan konsentrasi crosslinker yang rendah memiliki kemampuan termal, mekanik dan *flooding* yang lebih baik dari pada polimer gel tanpa menggunakan bentonit dan *starch*. Penggunaan bentonit pada polimer gel memberikan banyak keuntungan untuk memperbaiki sifat polimer gel dalam aplikasi EOR.

Untuk memperbaiki sifat dari polimer gel, meliputi kapasitas penyerapan air, kekuatan mekanik gel, dan stabilitas termal digunakan bentonit sebagai *filler*. Proses polimerisasi untuk mendapatkan sifat – sifat tersebut dipengaruhi oleh bahan baku serta pengaturan tahap polimerisasinya, sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk memperoleh polimer gel yang lebih baik untuk *Enhanced oil recovery* (EOR).

1.2 Perumusan Masalah

Sintesa polimer gel dari polimer sintetis dengan bahan jaringan (*crosslinker*) dan bentonit telah banyak dilakukan untuk aplikasi EOR. Polimer gel untuk aplikasi EOR dengan memanfaatkan polimer alami polikarbohidrat (sebagai *backbone*) yang dicangkok dengan monomer *acrylic acid* dan/atau *acrylamide* dengan penambahan bentonit telah berhasil digunakan. Penambahan bentonit sebagai *filler* dapat meningkatkan kapasitas penyerapan terhadap air, kekuatan mekanik dan stabilitas termal polimer gel. Untuk membuat polimer gel dari kedua bahan tersebut digunakan bahan jaringan seperti N’N-methylenabisacrylamide (MBA) atau Chromium (III) acetate (Ren dkk 2012, Kulkarni dkk 2014, Singh dan Mahto 2016).

Polimerisasi diawali dengan gelatinasi *starch* lalu dicampur dengan *acrylic acid* dan/atau *acrylamide*. Dalam studi ini, setelah campuran keduanya homogen akan ditambahkan bentonit agar dapat lebih terdistribusi merata. Inisiator kalium persulfate (KPS) ditambahkan untuk memulai proses grafting. Dengan demikian naiknya viskositas selama dan setelah proses *grafting* menjamin lebih terdistribusinya bentonit. Untuk membentuk jaringan dari produk *grafting* tersebut ditambahkan bahan jaringan (*crosslinker*) N’N-methylenabisacrylamide (MBA) yang terlebih dahulu dilarutkan dalam air. Hal ini dilakukan agar tidak terjadi aglomerasi pada *crosslinker* dan campuran tersebut lebih cepat homogen saat reaksi polimerisasi jaringan. Tahap proses ini merupakan pendekatan baru terhadap tahap yang telah diusulkan oleh Ren dkk 2012 dan Kukarni dkk 2012.

Produk polimer gel untuk EOR dengan modifikasi proses diatas harus dilakukan uji yang berlaku untuk material EOR umumnya. Beberapa uji tersebut adalah uji kapasitas penyerapan berdasarkan perbandingan berat, kekuatan gel, stabilitas termal, dan waktu gelasi. Pada penelitian ini akan dilakukan

penyempurnaan uji kapasitas penyerapan air berdasarkan perbandingan volume agar dapat diketahui volume yang dapat dicapai saat swelling maksimum/polimer gel jenuh sehingga dapat diaplikasikan untuk EOR.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mempelajari teknik polimerisasi *grafting* dalam pembuatan gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit untuk aplikasi EOR dengan memodifikasi metode Kulkarni dkk 2014 dan Ren dkk 2012.
2. Menentukan pengaruh komposisi Na-bentonite, bahan jaringan N’N-methylenebisacrylamide (MBA), dan *starch : acrylic acid* terhadap kapasitas penyerapan air dalam perbandingan berat dan volume gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit untuk aplikasi EOR.
3. Mempelajari waktu gelasi, kekuatan mekanik, dan ketahanan termal polimer gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit untuk aplikasi EOR.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan polimer gel komposit yang ramah lingkungan dan memiliki sifat yang sesuai untuk aplikasi EOR dengan memodifikasi metode Kulkarni dkk 2014 dan Ren dkk 2012.
2. Dapat mempelajari pengaruh penambahan Na-bentonit, konsentrasi N’N-methylenebisacrylamide (MBA), dan *starch : acrylic acid* yang optimum terhadap kapasitas penyerapan air.
3. Dapat mempelajari waktu gelasi, kekuatan mekanik serta ketahanan termal poimer gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit untuk aplikasi EOR.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

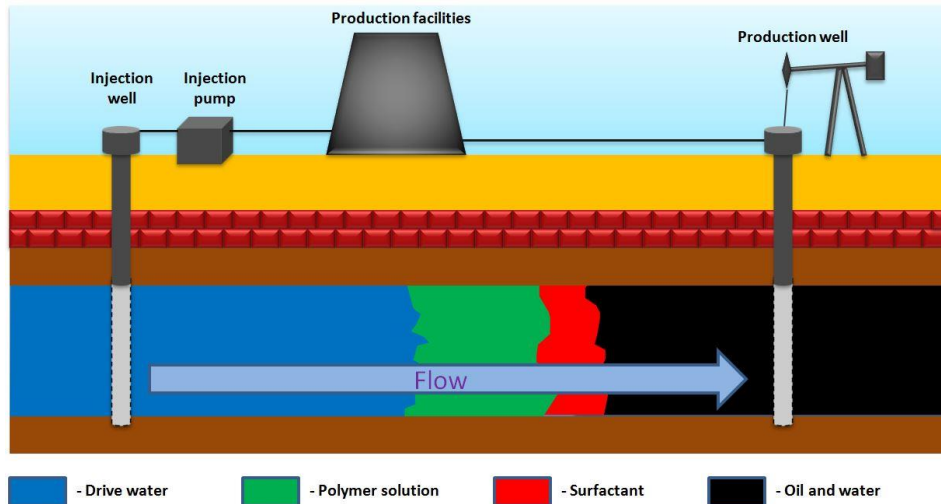
BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Enhanced Oil Recovery (EOR)*

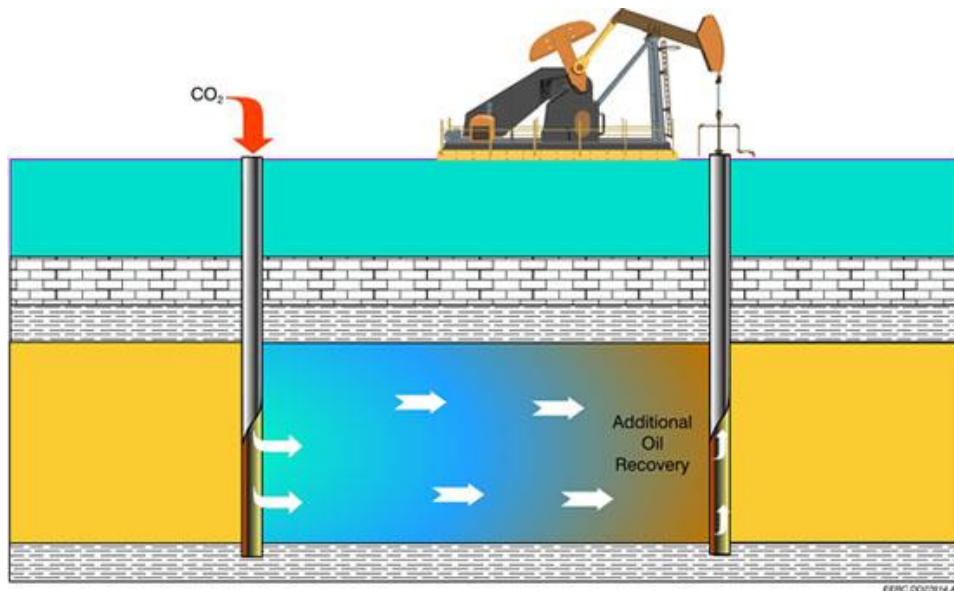
Enhanced Oil Recovery umumnya dianggap sebagai fase produksi minyak ketiga atau terakhir, kadang juga disebut produksi tersier. Fase produksi minyak pertama atau primer dimulai dengan penemuan lapangan minyak, kemudian dengan menggunakan energi alami (tekanan alami) yang tersimpan untuk menggerakkan minyak menuju sumur produksi dengan ekspansi dari komponen pompa dari sumur itu sendiri untuk membantu pergerakan alami. Ketika energi ini mulai menipis, produksi menurun dan fase sekunder dari produksi minyak dimulai, dimana energi tambahan diberikan ke dalam formasi batuan dengan menginjeksikan air. Ketika air terhadap rasio produksi minyak dari lapangan produksi mendekati batas ekonomi dari operasi, dan keuntungan bersih berkurang karena perbedaan antara jumlah dari minyak yang diproduksi dengan harga dari perawatan penginjeksian air juga menjadi terlalu sempit, periode tersier dari produksi minyak dimulai. Sejak itu sumur minyak bumi untuk produksi minyak dimulai dengan pengenalan energi kimia dan panas untuk meningkatkan produksi minyak, hal itu disebut dengan *Enhanced Oil Recovery (EOR)*. EOR dapat digunakan untuk tipe energi kimia atau panas dan harus digunakan untuk merangsang produksi minyak bumi (Donaldson, 1989). Metode ini secara umum dibagi menjadi tiga kategori utama, yaitu :

- *Chemical Flooding*: Injeksi air bercampur bahan kimia yang ditambahkan ke dalam formasi batuan minyak bumi. Proses kimia meliputi: *surfactant flooding*, *polymer flooding*, dan *alkaline flooding*. Berikut gambaran mekanisme *chemical flooding*.



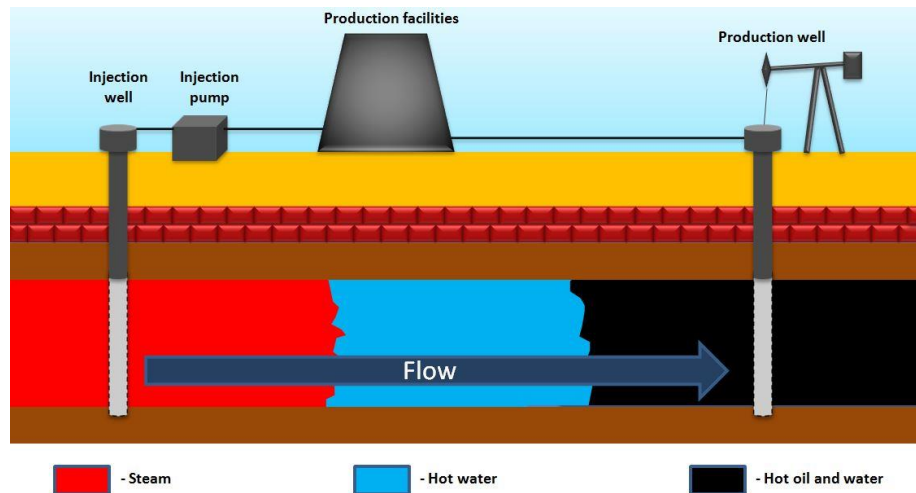
Gambar 2.1. Mekanisme *Chemical Flooding*

- *Miscible Flooding*: Injeksi ke formasi batuan dari bahan yang terlarut. Bahan tersebut adalah karbon dioksida, hidrokarbon, dan nitrogen. Berikut gambaran mekanisme *miscible flooding*.



Gambar 2.2. Mekanisme *Miscible Flooding*

- *Thermal Recovery*: Injeksi uap ke dalam formasi batuan minyak bumi, atau penyebaran zona panas melalui formasi batuan melalui udara atau oksigen. Proses termal meliputi: *steam flooding*, injeksi uap siklik, dan *in situ combustion*. Berikut gambaran mekanisme *thermal recovery*.



Gambar 2.3. Mekanisme *Thermal Recovery*

2.2 Prinsip Polimer Gel untuk *Enhanced Oil Recovery* (EOR)

Polimer gel merupakan bahan yang dapat diaplikasikan dalam injeksi polimer untuk EOR untuk mengendalikan penggunaan dari *water flooding*. Injeksi polimer gel dilakukan dalam waktu yang panjang sampai sekitar 1/3-1/2 volume pori reservoir kemudian diikuti oleh injeksi air. Saat air diinjeksikan, air tersebut mencari jalan yang paling sedikit resistensinya (biasanya zona permeabilitas tertinggi) ke daerah tekanan rendah dari produksi *offset* sumur. Jika minyak di reservoir memiliki viskositas lebih tinggi dari pada air yang diinjeksikan maka air akan menembus minyak dan *sweep* efisiensi yang rendah atau minyak *bypass*. Penambahan polimer gel ke *reservoir* meningkatkan viskositas air dan mengurangi permeabilitas relatif air di *reservoir* kemudian meningkatkan perolehan minyak. Jika viskositas air meningkat dan permeabilitas air menurun maka akan menurunkan rasio mobilitas dan air mendesak minyak untuk keluar ke permukaan *reservoir*. Apabila rasio mobilitasnya adalah satu atau kurang dari satu maka pendesakan minyak oleh air akan efisien. Sebaliknya, jika rasio mobilitas lebih besar dari satu, semakin banyak air yang akan menembus minyak dan keluar ke permukaan *reservoir* (Abidin dkk, 2012). Berikut beberapa spesifikasi polimer gel yang dapat digunakan untuk aplikasi EOR :

Tabel 2.1 Spesifikasi Polimer Gel untuk EOR

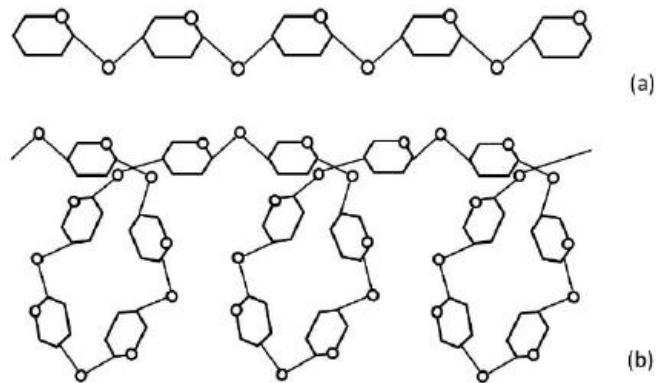
Parameter	Nilai
Tipe batuan reservoir	Sandstone/limestone (carbonate rock)
Kedalaman reservoir (ft)	<9000
Oil gravity (Api)	>25
Oil viscosity (cp)	<200
Ketahanan terhadap salinitas (TDS)	<50.000 ppm
Kapasitas penyerapan air (gr/gr)	10-1000
Ketahanan suhu (°C)	160-200
Ketahanan mekanis (MPa)	0-10
Kandungan tanah liat reservoir (%)	<10
Rahman M, dkk (1997)	

2.3 Starch (Pati)

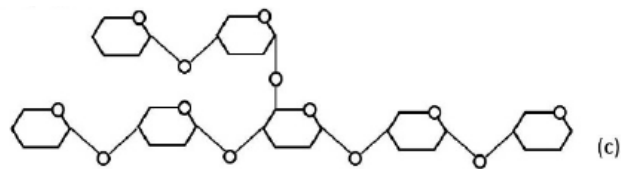
Pati terdiri dari dua polimer D-glukosa (Gambar 2.4). Glukosa yang terdapat pada pati berikatan melalui ikatan α -1,4 dan α -1,6 glikosidik dengan adanya kedua ikatan tersebut, terdapat kemungkinan perbedaan struktur dari molekul pati. Ikatan tunggal polimer yang terdiri dari 500 sampai dengan 2000 monomer glukosa dengan hanya terdapat ikatan α -1,4 glikosidik dinamakan amilosa. Di sisi lain, adanya ikatan α -1,6 glikosidik menghasilkan polimer glukosa bercabang yang dinamakan amilopektin. Secara alamiah pati merupakan campuran dari amilosa dan amilopektin. Komposisi amilosa dan amilopektin berbeda-beda pada tiap tumbuhan. Untuk pati yang berasal dari jagung memiliki kadar amilosa 28% dan kadar amilopektin 72%, sedangkan pati yang berasal dari singkong dan beras memiliki kandungan amilosa dan amilopektin yang sama, yaitu secara berturut-turut 17% dan 83%. Perbedaan kadar amilosa dan amilopektin disebabkan asal dari pati itu sendiri. Adanya perbedaan kadar amilosa dan amilopektin menyebabkan sifat pati dari berbagai tumbuhan berbeda-beda. Amilosa memberikan sifat keras dan memberikan warna biru tua pada tes iodin, sedangkan amilopektin menyebabkan sifat lengket dan tidak menimbulkan reaksi pada tes iodin. Amilosa terdiri dari D-glukosa yang terikat dengan ikatan α - 1,4 glikosidik sehingga molekulnya merupakan rantai terbuka. Amilopektin juga

terdiri atas molekul D-glukosa yang sebagian besar mempunyai ikatan α - 1,4 glikosidik dan sebagian lagi ikatan α - 1,6 glikosidik. Adanya ikatan α -1,6 glikosidik menyebabkan molekul amilopektin memiliki cabang (Horstmann, 2017).

Amilosa



Amilopektin



Gambar 2.4 Struktur Amilosa ((a) linear (b) helical) and Amilopektin (c).

Pati dapat ditemukan dalam biji-bijian (jagung, gandum, padi, sorgum, *barley*, kacang polong) dan dalam umbi-umbian seperti singkong, ubi jalar dan kentang. Hampir semua pati di dunia diproduksi dari jagung, tapi pati yang berasal dari singkong, ubi jalar, kentang dan gandum juga diproduksi dalam jumlah yang cukup besar. Pati dapat diekstrak dengan berbagai cara berdasarkan bahan baku dan penggunaan dari pati itu sendiri. Untuk pati yang berasal dari umbi-umbian, proses utama dari ekstraksi terdiri dari perendaman, disintegrasi dan sentrifugasi. Perendaman dilakukan dalam larutan natrium bisulfit untuk menghambat reaksi biokimia seperti perubahan warna umbi. Disintegrasi dan sentrifugasi dilakukan untuk memisahkan pati dari komponen lainnya (Cui, 2005).

Dalam dunia perminyakan, pati jenis *grafted starch* juga telah mulai diaplikasikan sebagai campuran pada polimer untuk meningkatkan produksi minyak (EOR). Singkong merupakan bahan pangan yang cukup melimpah di

Indonesia dan belum dimanfaatkan optimal terutama untuk kebutuhan non-pangan. Singkong merupakan jenis tanaman umbi dengan kandungan utama berupa pati, sama halnya dengan jenis tanaman umbi yang lain. Kandungan pati dalam berbagai tanaman umbi dan sereal disajikan dalam Tabel 2.2. Pati singkong mengandung 83% amilopektin yang mengakibatkan pasta yang terbentuk bening dan memiliki kemungkinan yang kecil untuk mengalami retrogradasi. Suhu gelatinasi pati singkong adalah 62-73°C dan suhu pembentukan pastanya 63°C.

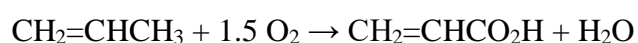
Tabel 2.2 Kandungan Pati dalam berbagai Bahan Pangan

Bahan Pangan	Kandungan Pati (%-b kering)
Biji gandum	67
Beras	89
Jagung	57
Biji sorgum	72
Kentang	75
Ubi jalar	90
Singkong	90

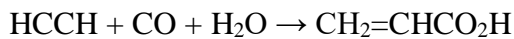
Cui, 2005

2.4 Acrylic Acid (Asam Akrilat)

Asam akrilat merupakan suatu senyawa organik berbentuk cairan tak berwarna dan berbau tajam pada kondisi lingkungan. Asam akrilat mudah terpolimerisasi jika terkena panas dan mudah bereaksi dengan radikal bebas. Molekul ini merupakan asam karboksilat tak jenuh dengan gugus vinil yang terikat langsung dengan gugus karboksilat. Cairannya tidak berwarna dan memiliki bau yang tajam. Senyawa ini dapat larut dalam air, alkohol, eter dan kloroform. Lebih dari 1 milyar kg asam akrilat diproduksi di berbagai negara tiap tahunnya. Dalam pembuatan polimer gel asam akrilat berfungsi sebagai monomer yang akan berikatan dengan amilopektin dari pati. Asam akrilat dapat diproduksi melalui reaksi oksidasi propena yang merupakan produk samping dari reaksi antara etilen dan bensin. Reaksi pembentukan asam akrilat dari propena berlangsung menurut persamaan reaksi berikut.



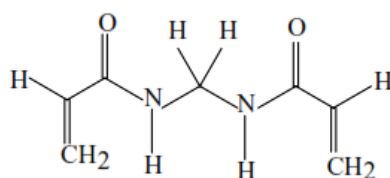
Selain itu, asam akrilat juga dapat diproduksi melalui reaksi antara etuna (asetilen) dan karbonmonoksida dengan kehadiran air. Reaksi tersebut berlangsung menurut persamaan reaksi berikut.



Asam akrilat juga dapat bereaksi dengan dirinya sendiri membentuk asam poliakrilat atau dengan suatu monomer (akrilamida, akrilonitril, vinil, stirena dan butadiena) melalui reaksi pada ikatan rangkapnya membentuk homopolimer atau kopolimer yang digunakan dalam berbagai industri termasuk plastik, adhesif, elastomer dan dunia perminyakan sebagai polimer untuk EOR (Puspasari, 2012).

2.5 N,N'-Methylenbisacrylamide sebagai Bahan Jaringan

Untuk mengubah keadaan polimer sehingga tak dapat larut dalam air, rantai-rantai harus tersambung-silang. Akan tetapi, kemampuan polimer untuk menggebung (*swelling*) turun selagi derajat sambung-silang meningkat. Untuk itu, yang diharapkan bahwa setiap rantai sepanjang mungkin dan tersambung-silang hanya di beberapa tempat. Salah satu contoh penyambung-silang yang diperlukan sangat sedikit (sekitar 0,08 mol % relatif terhadap asam akrilat) adalah N,N'-metilenbisakrilamida atau MBA. Zat ini mengandung dua ikatan rangkap yang reaktif, sehingga dapat bergabung ke dalam dua rantai yang berbeda selagi polimerisasi berlangsung, sehingga menghasilkan ikatan sambung-silang. Meskipun MBA memiliki gugus fungsional amina, nampaknya sangat tahan terhadap hidrolisis (Garner dkk, 1997).

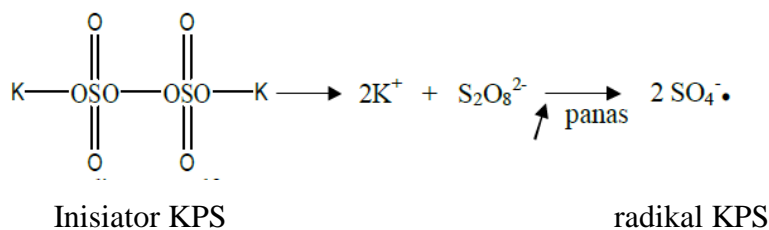


Gambar 2.5. Struktur Molekul N,N'-Methylenebisakrilamida (MBA)

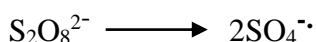
2.6 Kalium Persulfate (K₂S₂O₈) sebagai Inisiator

Kalium persulfat (KPS) digunakan sebagai inisiator pada polimerisasi larutan. Termal disosiasi KPS menjadi radikal bebas pada suhu 70°C (Hsu dkk, 2002). Dekomposisi inisiator KPS terjadi pemecahan senyawa oleh panas menjadi

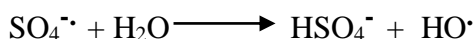
sepasang radikal bebas yang akan digunakan sebagai inisiator. Dekomposisi yang terjadi pada kalium persulfate adalah sebagai berikut :



Dalam penelitian Khalil, dkk (1993) tentang polimerisasi graft acrylamide dengan starch menggunakan inisiator kalium persulfat juga dijelaskan mekanisme dekomposisi KPS. Ion persulfate jika dipanaskan pada larutan akan terdekomposisi menghasilkan ion radikal sulfate :



Radikal sulfate bereaksi dengan air untuk memproduksi radikal hydroxy :



Sulfate dan radikal bebas hydroxy menyerang macromolekul starch dengan demikian macroradikal tumbuh pada starch sehingga memiliki kemampuan untuk menginisiasi monomer vinil.

2.7 Bentonit

Bentonit merupakan istilah dalam dunia perdagangan untuk clay yang kandungan utamanya adalah mineral monmorilonit (80%) dengan rumus kimia $[(\text{Al},\text{Fe})_{1.67}\text{Mg}_{0.33}(\text{Na},\text{Ca})_{0.33}]\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ (Melamed dan Pitkanen 1996). Warnanya bervariasi dari putih ke kuning, sampai hijau zaitun, coklat kebiruan. Bentonit berasal dari perubahan hidrotermal dari abu vulkanik yang disimpan dalam berbagai air tawar (misalnya, danau alkali) dan cekungan laut (fosil laut yang melimpah dan batu kapur), ditandai dengan energi pengendapan yang rendah oleh lingkungan dan kondisi iklim sedang. Hamparan bentonit berkisar pada ketebalan dari beberapa sentimeter hingga puluhan meter (sebagian 0,3-1,5 m) dan dapat lebih dalam lagi sampai ratusan kilometer. Bentonit banyak terdapat secara luas di semua benua. Kandungan lain dalam bentonit merupakan pengotor dari beberapa jenis mineral seperti kwarsa, ilit, kalsit, mika dan klorit. Bentonit dikenal dan dipasarkan dengan berbagai sinonim seperti sabun tanah liat, sabun

mineral, *wilkinite*, *staylite*, *vol-clay*, *aquagel*, *ardmorite*, dan *refinite* (Utracki dkk, 2004).

2.7.1 Jenis-jenis Bentonit

Klasifikasi bentonit dibuat dengan terlebih dahulu menyelidiki karakteristik struktural seperti komposisi kimia dan mineralogi, kapasitas tukar kation dan luas permukaan spesifik. Bentonit alam baik natrium atau kalsium bentonit memiliki sifat dan kegunaan yang berbeda. Berdasarkan jenisnya, bentonit dibagi menjadi dua, yaitu:

1. Na-bentonit – *Swelling bentonite*

Na bentonit memiliki daya mengembang hingga delapan kali apabila dicelupkan ke dalam air, dan tetap terdispersi beberapa waktu di dalam air. Dalam keadaan kering berwarna putih atau krem, pada keadaan basah dan terkena sinar matahari akan berwarna mengkilap. Perbandingan soda dan kapur tinggi, suspensi koloidal mempunyai pH: 8,5-9,8, tidak dapat diaktifkan, posisi pertukaran diduduki oleh ion-ion sodium (Na^+). Kandungan Na_2O dalam natrium bentonit umumnya lebih besar dari 2%. Karena sifat-sifat tersebut maka mineral ini sering dipergunakan untuk lumpur pemboran, penyumbat kebocoran bendungan pada teknik sipil, bahan pencampur pembuatan cat, bahan baku farmasi, dan perekat pasir cetak pada industri pengecoran logam.

2. Ca-bentonit – *non swelling bentonite*.

Ca-bentonit ditandai dengan kemampuan penyerapan air dan kemampuan mengembang yang rendah dan tidak mampu untuk tetap tersuspensi dalam air. Perbandingan kandungan Na dan Ca rendah, suspensi koloidal memiliki pH 4-7. Posisi pertukaran ion lebih banyak diduduki oleh ion-ion kalsium dan magnesium. Dalam keadaan kering berwarna abu-abu, biru, kuning, merah dan coklat. Bentonit jenis ini sangat baik digunakan sebagai lempung pemucat warna pada minyak kelapa dan sebagai agen pengikat dalam pengecoran (Clem dan Doehler, 1961). Perbedaan sifat Na-bentonit dan Ca-bentonit disajikan dalam Table 2.3 berikut :

Tabel 2.3 Perbedaan Sifat Na-Bentonit dan Ca-Bentonit

No	Sifat Fisik	Na-Bentonit	Ca-Bentonit
1	Daya mengembang	Sangat baik	Tidak baik
2	Kekuatan dalam keadaan basa	Sedang	Tinggi
3	Perkembangan daya ikat	Sedang	Cepat
4	Kekuatan tekan	Tinggi	Sedang
5	Daya tekan terhadap penyusutan	Tinggi	Rendah
6	Daya mengalirkan pasir	Sedang	Sangat baik
7	Warna dalam keadaan kering	Putih atau Kerem	Abu-abu, biru,kuning,merah/coklat
8	Perbandingan Na dan Ca	Tinggi	Rendah
9	pH supensi koloidal	8,5 – 9,8	4 -7

Kustomo, 2011

2.7.2 Sifat Fisika dan Kimia Bentonit

Sifat-sifat fisika bentonit antara lain berkilap lilin, umumnya lunak dan plastis, berwarna pucat dengan kenampakan putih, hijau muda, kelabu hingga merah muda dalam keadaan segar dan menjadi krem bila lapuk yang kemudian berubah menjadi kuning, merah coklat hingga hitam. Bila diraba terasa licin seperti sabun. Bila dimasukkan ke dalam air, akan menyerap air, sedikit atau banyak, bila kena air hujan bentonit dapat berubah menjadi bubur dan bila kering akan menimbulkan rekahan. Sifat fisik lainnya berupa massa jenis 2,2-2,8 g/L; indeks bias 1,547-1,557; dan titik lebur 1330-1430 °C. Sifat fisik bentonit yang sangat penting adalah :

1. Kapasitas Tukar Ion

Sifat ini untuk menentukan jumlah kadar air yang terserap dalam bentonit (dalam hal ini mineral monmorillonit) dalam keseimbangan reaksi kimia, ini terjadi karena struktur kisi-kisi kristal mial mineral monmollonit serta adanya unsur (ion atau kation) yang mudah terbuka dan menarik air, kation atau ion Na mempunyai daya serap air yang lebih baik dari ion lainnya seperti: Mg,Ca, K dan H dengan demikian maka bentonit yang dimasukkan dalam air akan mengembang dan akan

membentuk larutan koloid, bila air tersebut di keluarkan dari larutan koloid tersebut maka akan terbentuk suatu massa, liat, keras dan tidak tembus air serta bersifat lembut atau tahan terhadap reaksi kimia, sifat ini di terapkan dalam pengeboran dan tekik sipil

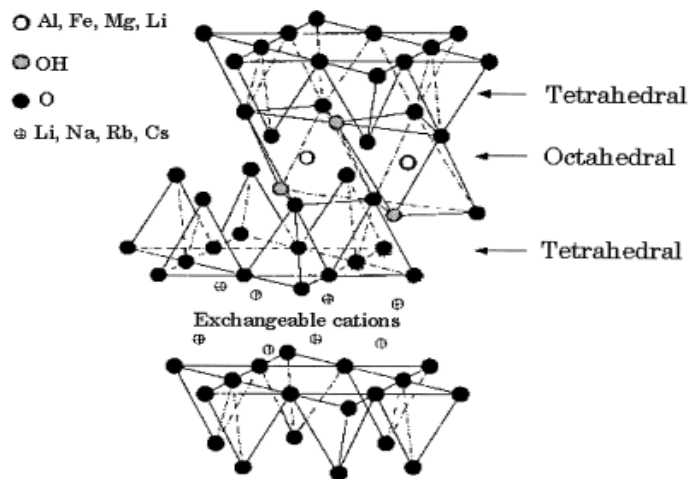
2. Luas permukaan

Yang dimaksud dengan luas permukaan adalah jumlah kristal atau butir-butir bentonit dinyatakan dalam m/gram, sifat ini sangat penting karena semakin besar jumlah luas permukaan, makin banyak zat kimia yang dapat terbawa (melekat) atau makin sempurna pori-pori yang dapat tersisa sifat ini dimanfaatkan dalam industri kimia misalnya sebagai katalis, pembawa racun dan jamur serta digunakan sebagai bahan pengisi dan pengembangannya di dalam industri kertas, cat dan lain sebagainya.

3. Daya serap

Sifat ini di sebabkan oleh ketidak seimbangan muatan listrik dalam ion serta adanya pertukaran ion, dalam mineral lampung daya serap terjadi pada ujung dan permukaan kristal serta ruang diantara kation butir lampung, bentonit mempunyai sifat mengadsorbsi karena ukuran partikel koloidnya sangat kecil mempunyai kapasitas pertukatan ion yang angat tinggi.

Struktur bangun lembaran bentonit terdiri dari 2 lapisan tetrahedral yang disusun unsur utama Silika (O,OH) yang mengapit satu lapisan oktahedral yang disusun oleh unsur M (O,OH) ($M = Al, Mg, Fe$) yang ditunjukkan pada Gambar 2.7 yang disebut juga mineral tipe 2:1. Pada tetrahedral, 4 atom oksigen berikatan dengan atom silikon di ujung struktur. Empat ikatan silikon terkadang disubstitusi oleh tiga ikatan aluminium. Pada oktahedral atom aluminium berkoordinasi dengan enam atom oksigen atau gugus-gugus hidroksil yang berlokasi pada ujung oktahedron. Al^{3+} dapat digantikan oleh Mg^{2+} , Fe^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , Li^{+} dan kation lainnya. Substitusi isomorphous dari Al^{3+} untuk Si^{4+} pada tetrahedral dan Mg^{2+} atau Zn^{2+} untuk Al^{3+} pada oktahedral menghasilkan muatan negatif pada permukaan clay, hal ini diimbangi dengan adsorpsi kation di lapisan interlayer (Johnstone, 1961).



Gambar 2.6 Struktur Kristal Montmorillonit

Adanya atom - atom yang terikat pada masing-masing lapisan struktur montmorillonit memungkinkan air atau molekul lain masuk di antara unit lapisan. Akibatnya kisi akan membesar pada arah vertikal. Selain itu karena adanya pergantian atom Si oleh Al menyebabkan terjadinya penyebaran muatan negatif pada permukaan bentonit. Bagian inilah yang disebut sisi aktif (*active site*) dari bentonit dimana bagian ini dapat menyerap kation dari senyawa-senyawa organik atau dari ion-ion senyawa logam. Tingginya daya mengembang atau mengerut dari montmorillonit menjadi alasan kuat mengapa mineral ini dapat menyerap dan memfiksasi ion-ion logam dan persenyawaan organik. Dari keanekaragaman jenis lempung, montmorillonit ditemukan dalam bentuk tanah kebanyakan. Tingginya daya plastis, mengembang dan mengerut, mineral ini menyebabkan tanah menjadi plastis jika basah dan keras jika kering. Retakan-retakan pada permukaan tanah akan terlihat jika permukaan tanah mongering (Alexandre dan Dubois, 2000). Komposisi kimia bentonit disajikan dalam table 2.4 berikut :

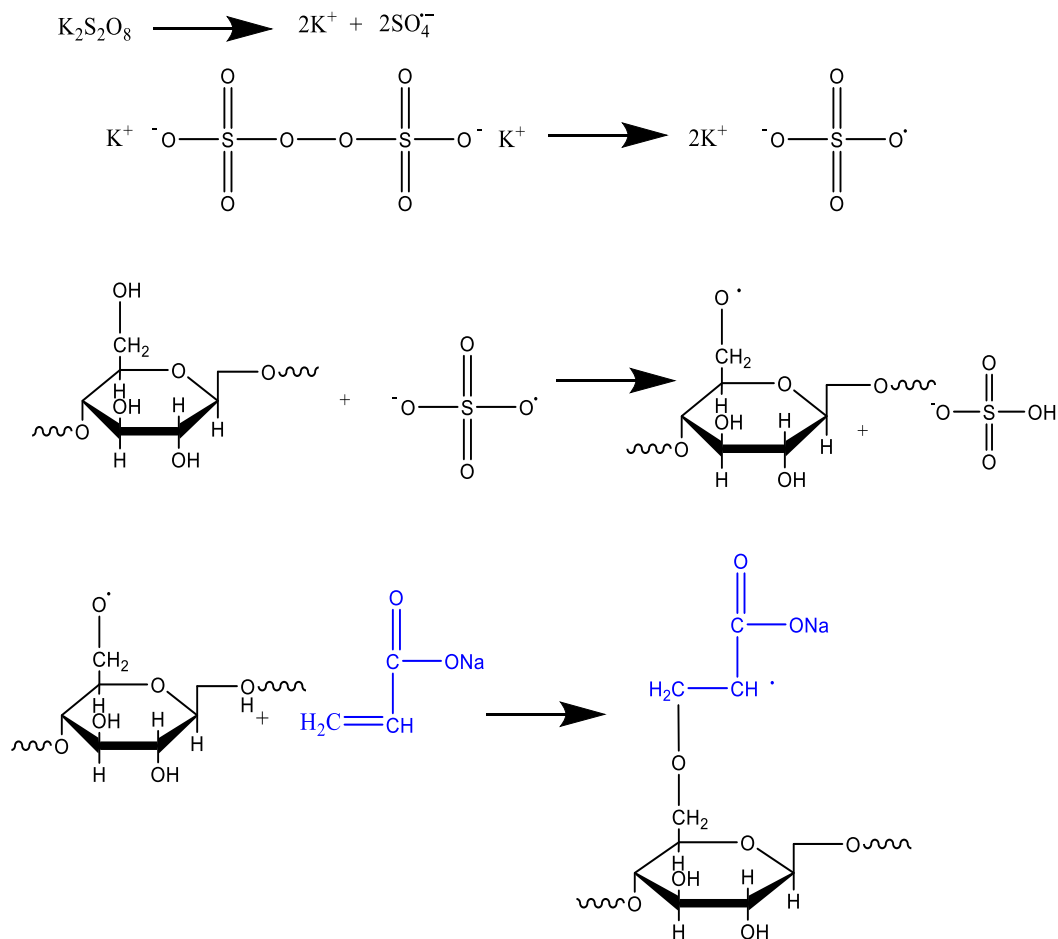
Tabel 2.4 Komposisi Kimia Bentonit

Senyawa	Na-Bentonit(%)	Ca-Bentonit (%)
SiO ₂	61,3-61,4	62,12
Al ₂ O ₃	19,8	17,33
Fe ₂ O ₃	3,9	5,30
CaO	0,6	3,68
MgO	1,3	3,30
Na ₂ O	2,2	0,50
K ₂ O	0,4	0,55

2.8 Pencangkokan (*Grafting*)

Grafting pada ilmu kimia polimer berarti reaksi pembentukan gugus aktif pada suatu titik substrat polimer, yang kemudian berikatan dengan suatu monomer. Hampir semua reaksi *grafting* merupakan reaksi yang melibatkan radikal bebas. Radikal bebas ini dihasilkan dari dekomposisi berbagai jenis inisiator seperti ion *ceric*, persulfat, peroksida dan mangan. Selain itu, pembentukan radikal bebas juga dapat dilakukan dengan cara iradiasi. Akan tetapi, proses inisiasi yang paling umum digunakan adalah inisiasi oleh senyawa persulfat yang biasanya berupa senyawa ammonium persulfat atau kalium persulfat. Ketika suatu larutan persulfat dipanaskan, senyawa tersebut akan terurai menghasilkan radikal sulfat bersamaan dengan radikal-radikal yang lain. Terurainya persulfat menjadi radikal bebas akan menginisiasi gugus –OH pada starch. Setelah gugus hidroksil starch diinisiasi kemudian makro radikal starch akan menyerang ikatan rangkap pada monomer *acrylic acid*. *Acrylic acid* yang masih memiliki makro radikal akan menyerang kembali ikatan rangkap pada monomer *acrylic acid* lainnya sehingga membentuk rantai cangkok *polyacrylic acid* yang panjang. Pada tahap ini merupakan tahap propagasi yaitu pertumbuhan rantai poly acrylic acid yang telah tercangkok pada tulang punggung starch. Tahap terminasi melibatkan pembentukan taut silang antara makro radikal starch-graft-poly acrylic acid membentuk kopolimer cangkok dan taut silang. Mekanisme dari reaksi *grafting* dengan inisiator persulfat dapat dilihat pada pembentukan *graft*

copolymer dari pati dengan monomer acrylic acid disajikan pada gambar 2.7 berikut :



Gambar 2.7 Mekanisme Reaksi *Grafting Acrylic Acid* pada *Starch*

2.9 Ikatan Silang (*Crosslink*)

Crosslink (ikatan silang) adalah ikatan – ikatan yang menghubungkan suatu rantai polimer dengan rantai polimer lain. Ketika rantai polimer bergabung dengan adanya crosslink, maka rantai polimer tersebut akan kehilangan sebagian kemampuannya untuk bergerak seperti rantai utamanya. Ikatan silang dibedakan menjadi dua yaitu ikatan silang kimia dan ikatan silang fisika. Ikatan silang kimia dapat terjadi melalui ikatan kovalen maupun ion. Ikatan silang pada suatu polimer dapat mempengaruhi derajat *swelling*. Dengan adanya pelarut, maka suatu polimer ikatan silang akan mengembang pada saat molekul – molekul pelarut menembus jaringannya. Tingkat pengembangan (*swelling*) ini bergantung pada tingkat pengikatsilangan dan afinitas anatar pelarut dan polimer.

Ikatan silang fisika merupakan ikatan yang labil secara termal yakni ikatan diputus oleh pemanasan dan mengikat kembali setelah pendinginan.

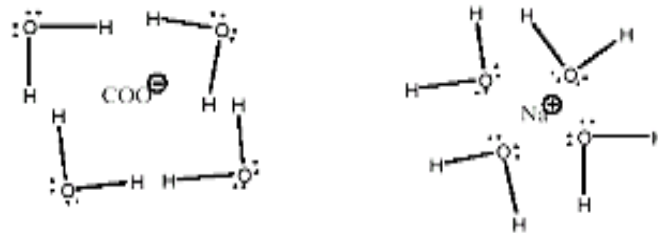
Keuntungan dari metode *crosslinking* adalah memperkuat sifat hydrogel yang lebih tahan terhadap media asam dan panas. Sehingga tidak mudah pecah pada saat pemanasan. Disisi lain, terdapat beberapa kekurangan bila terjadi ikatan silang berlebihan yakni kelarutan dan elastisitas hydrogel berkurang (Raina dkk, 2006). Agen pengikat silang yang umumnya digunakan yaitu MBA.

2.10 Polimer Gel (Hidrogel)

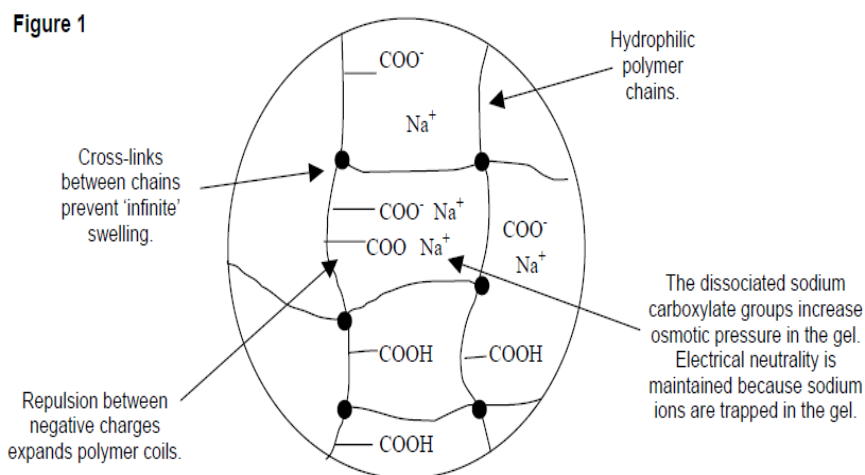
Jika terjadi ikatan silang pada polimer maka akan terbentuk jaringan tiga dimensi yang berkelanjutan sehingga molekul pelarut akan terjebak diantaranya dan terbentuk struktur yang kaku serta tahan terhadap gaya maupun tekanan tertentu. Gel yang dapat menahan air di dalam strukturnya disebut hidrogel (Wang dkk, 2004). Hidrogel kimia dibentuk dari rekasi tidak dapat balik karena melibatkan pembentukan ikatan silang secara kovalen.

Hidrogel adalah salah satu jenis makromolekul polimer hidrofilik yang berbentuk jaringan berikatan silang, mempunyai kemampuan mengembang dalam air (swelling), dan mampu mempertahankan air yang terserap di dalamnya (Erizal dkk, 2014). Gugus fungsi hidrofilik yang terdapat pada hidrogel diantaranya $-OH$, $-COOH$, $-CONH_2$, dan $-SO_3H$, yang dapat menyerap air tanpa larut. Hal ini karena molekul-molekulnya terikat silang secara kimia maupun fisika dari rantai polimer hidrofilik. Ikatan utama gugus hidrofilik terdiri dari gugus asam karboksilat ($-COOH$) yang mudah menyerap air sehingga ketika ada air atau pelarut yang bersentuhan dengan hidrogel akan terjadi interaksi antara polimer dengan molekul air yang disebut hidrasi. Mekanisme hidrasi pada polimer gel terjadi karena adanya proses netralisasi monomer acrylic acid dengan $NaOH$, sehingga menyebabkan adanya ion – ion Na^+ yang bergerak dalam struktur jaringan polimer gel. Adanya ion Na^+ dapat menyebabkan terjadinya perbedaan tekanan osmotik antara fase gel dan larutan. Perbedaan tekanan osmotik ini menghasilkan daya dorong yang kuat bagi larutan untuk masuk ke dalam fase gel. Tekanan osmotik terus berlanjut hingga perbedaan tekanan osmotik menjadi nol (Pourjavadi dkk, 2007). Selain itu keberadaan ion – ion COO^- dalam struktur

jaringan polimer gel yang saling tolak menolak sehingga jarak antar jaringan menjadi lebar/membesar yang memungkinkan untuk menyerap banyak air dan air yang terserap ini akan tertahan sehingga polimer gel menjadi swelling (Elliot, 1999). Mekanisme hidrasi polimer gel hingga menjadi *swelling* dapat dilihat pada gambar berikut :



Gambar 2.8. Mekanisme Hidrasi Polimer Gel



Gambar 2.9 *Swelling* pada Polimer Gel

Hidrogel mempunyai kemampuan mengembang (*swelling*) dalam air, tetapi tidak larut dalam air, serta mempunyai kemampuan mempertahankan bentuk asalnya (Elliot, 1999). Rasio berat hidrogel dalam keadaan menyerap air (*swelling*) terhadap berat keringnya atau rasio *swelling* merupakan salah satu parameter utama dari hidrogel khususnya untuk pengujian suatu bahan kandidat sebagai absorben. Sedangkan untuk aplikasi EOR rasio volume hidrogel dalam keadaan menyerap air dan keadaan kering perlu diketahui.

2.11 Komposit

Komposit adalah material polimer yang dalamnya ditambahkan *filler* yang adanya ikatan antar polimer dan *filler* yg dapat meningkatkan sifat sifat mekanik. Bahan pengisi (*filler*) adalah suatu aditif padat yang ditambahkan ke dalam matrik polimer untuk meningkatkan sifat-sifat bahan pengisi fungsional menghasilkan peningkatan spesifik dalam sifat mekanik dan sifat fisis. Perlakuan dari bahan pengisi (*filler*) memungkinkan menjadi pendukung beberapa mekanisme pengisi membentuk ikatan kimia dengan matrik sebagai penguat. Beberapa penelitian telah menunjukan bahan pengisi (*filler*) mempunyai peranan penting dalam memodifikasi sifat-sifat dari berbagai bahan polimer, contohnya dengan cara menambahkan pengisi (*filler*) akan meningkatkan sifat mekanik, elektrik, termal, optik dan sifat-sifat pemrosesan dari polimer, sementara dapat juga mengurangi biaya produksi. Peningkatan sifat-sifat tergantung pada banyak faktor-faktor termasuk aspek rasio dari bahan pengisi, derajat disperse, orientasi dalam matrik, dan adhesi pada *interface* matrik - bahan pengisi. Suatu komposit polimer merupakan kombinasi dari matriks polimer dan fasa penguat (*reinforcement*). Komposit polimer biasanya memiliki karakteristik yang lebih unggul yang tidak dimiliki baik oleh material matriks maupun *reinforcement*-nya sendiri (Makadia, 2000).

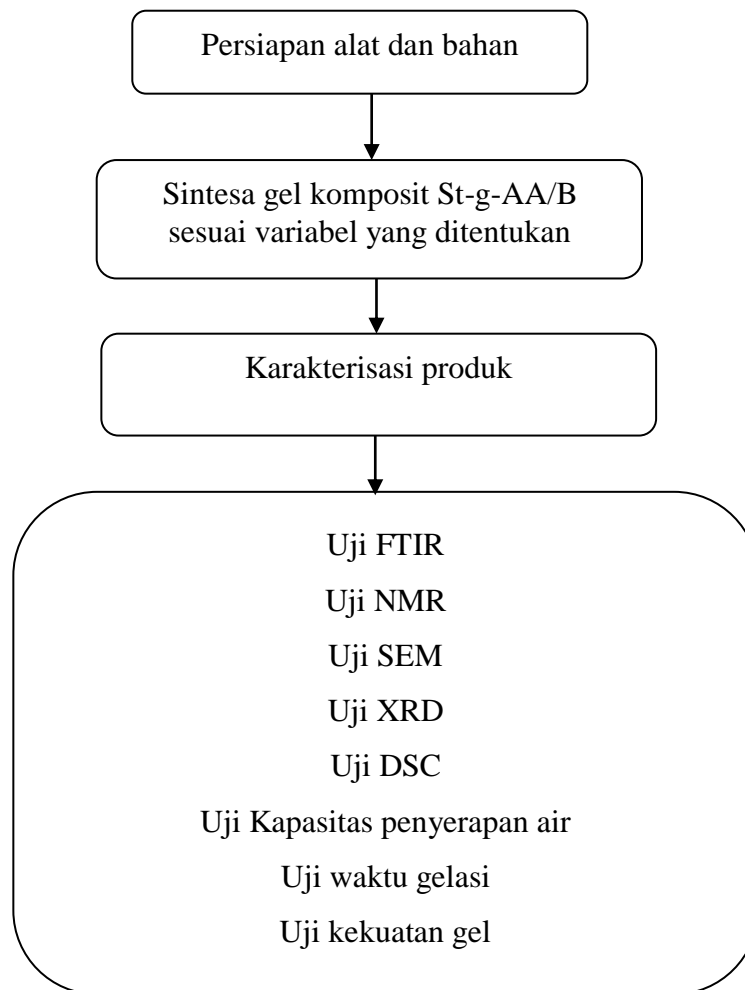
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Skema Garis Besar Penelitian

Penelitian yang dilakukan secara garis besar sebagai berikut :



Gambar 3.1 Skema Garis Besar Penelitian

3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

- Monomer : *acrylic acid* ($C_3H_4O_2$)

Fungsi : monomer *acrylic acid* sebagai cabang (*grafted chain*) dalam gel komposit St-g-AA/B yang memiliki gugus hidrofilik (COOH) yang dapat berikatan dengan air dan bentonit sehingga gel komposit St-g-AA/B dapat mengembang.

- *Crosslinker* : N,N-methylenebisacrylamide (MBA)

Fungsi : MBA sebagai pengikat silang (*crosslinker*) yang dapat berikatan kovalen dengan monomer *acrylic acid* sehingga dapat membentuk jaringan tiga dimensi gel komposit St-g-AA/B dan dapat mempertahankan air yang terserap kedalam jaringan gel.

- *Backbone* : pati (*starch*)

Fungsi : *starch* sebagai rantai utama (*backbone*) dalam reaksi polimerisasi *grafting* sehingga radikal bebas yang dihasilkan oleh senyawa persulfat terlebih dahulu akan bereaksi membentuk ion radikal *starch* yang kemudian berikatan dengan gugus tak jenuh pada monomer *acrylic acid*.

- Na-bentonit

Fungsi : sebagai *filler* yang dapat mengisi / tersebar kedalam jaringan gel komposit St-g-AA/B secara fisik dan juga dapat berikatan dengan gugus COOH maupun COO⁻ pada *acrylic acid*.

Spesifikasi Na-bentonit yang digunakan pada penelitian ini :

Sifat fisik		Sifat kimia	
Warna	: krem keputihan	SiO ₂ (%)	: 69,56
Densitas	: 2,6 g/cm ³	Al ₂ O ₃ (%)	: 20,69
Viskositas	: 8-30 cps	Na ₂ O (%)	: 2,43
Ukuran	: 200 mesh	MgO (%)	: 2,70
		CaO (%)	: 1,30
		Fe ₂ O ₃ (%)	: 4,85
		K ₂ O (%)	: 0,3
		Moisture (%)	: 8,0
		pH	: 8,5 – 10,5

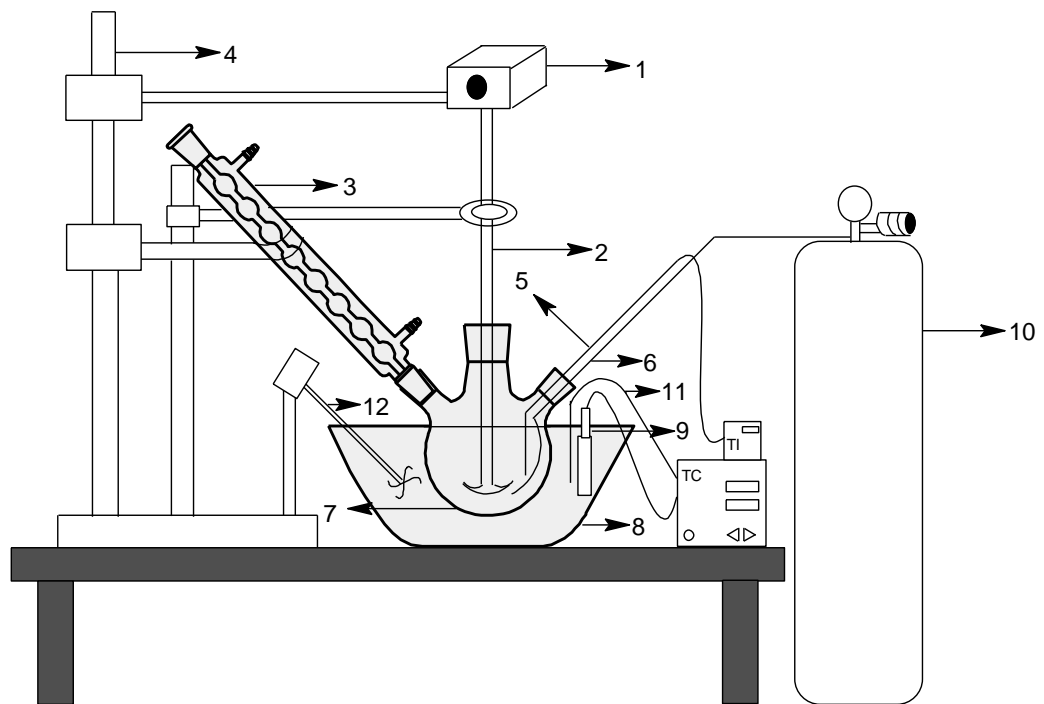
- Inisiator : kalium peroxodisulfate (K₂S₂O₈)

- *Purger* : gas nitrogen (N₂)

- Pelarut : *aquadest*
- Presipitan : etanol (C_2H_6O)
- Neutralizer : natrium hidroksida (NaOH)

3.3 Peralatan Penelitian

Pada sintesa gel komposit St-g-AA/bentonit, digunakan reaktor labu leher tiga yang dilengkapi pengaduk jenis *impeller*, kondensor dan seperangkat alat pengontrol suhu. Untuk mengusir oksigen yang dapat menghambat reaksi dilakukan dengan cara menghembuskan gas nitrogen (N_2) secara kontinyu pada tekanan atmosferik. Gas N_2 dialirkan dari tabung N_2 yang diatur menggunakan regulator. Adapun susunan peralatan dapat dilihat pada Gambar 3.2.



Gambar 3.2. Peralatan Sintesa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit

Keterangan :

- | | | |
|--------------------|------------------------------|-------------------------------|
| 1. Motor pengaduk | 5. Temperatur indikator (TI) | 9. Heater |
| 2. Pengaduk | 6. N_2 inlet | 10. Tabung N_2 |
| 3. Condensor | 7. Reaktor polimerisasi | 11. Temperatur controler (TC) |
| 4. Statif dan Klem | 8. <i>Gliserin bath</i> | 12. Pengaduk pemanas |

3.4 Variabel Penelitian

Variabel percobaan yang akan dipelajari pengaruhnya terhadap kapasitas penyerapan adalah sebagai berikut :

Variabel tetap :

- Konsentrasi Inisiator (% w monomer) = 1,25
- Derajat netralisasi AA (%) = 40
- Waktu reaksi (menit) = 120
- Suhu sintesa ($^{\circ}\text{C}$) = 70
- Larutan starch 10% wt/v

Varibel berubah :

- Pada konsentrasi *crosslinker* 1,5%wt dan Na-bentonit 2%wt
Perbandingan AA : starch = 1:1 ; 2:1 ; 3:1 ; 4:1 ; 5:1 ; 1:2 ; 1:5
- Pada perbandingan AA : starch 2:1 dan Na-bentonit 2%wt
Konsentrasi *crosslinker* (%wt monomer)=0,5 ; 0,75 ; 1 ; 1,25 ; 1,5 ; 1,75; 2
- Pada perbandingan AA : starch 2:1 dan konsentrasi *crosslinker* 1,5%wt
Komposisi Na-bentonit (%wt monomer) = 0,5 ; 1 ; 1,5 ; 2 ; 2,5 ; 3 ; 3,5

3.5 Prosedur Penelitian

Prosedur Netralisasi *Acrylic Acid* dengan 40% NaOH

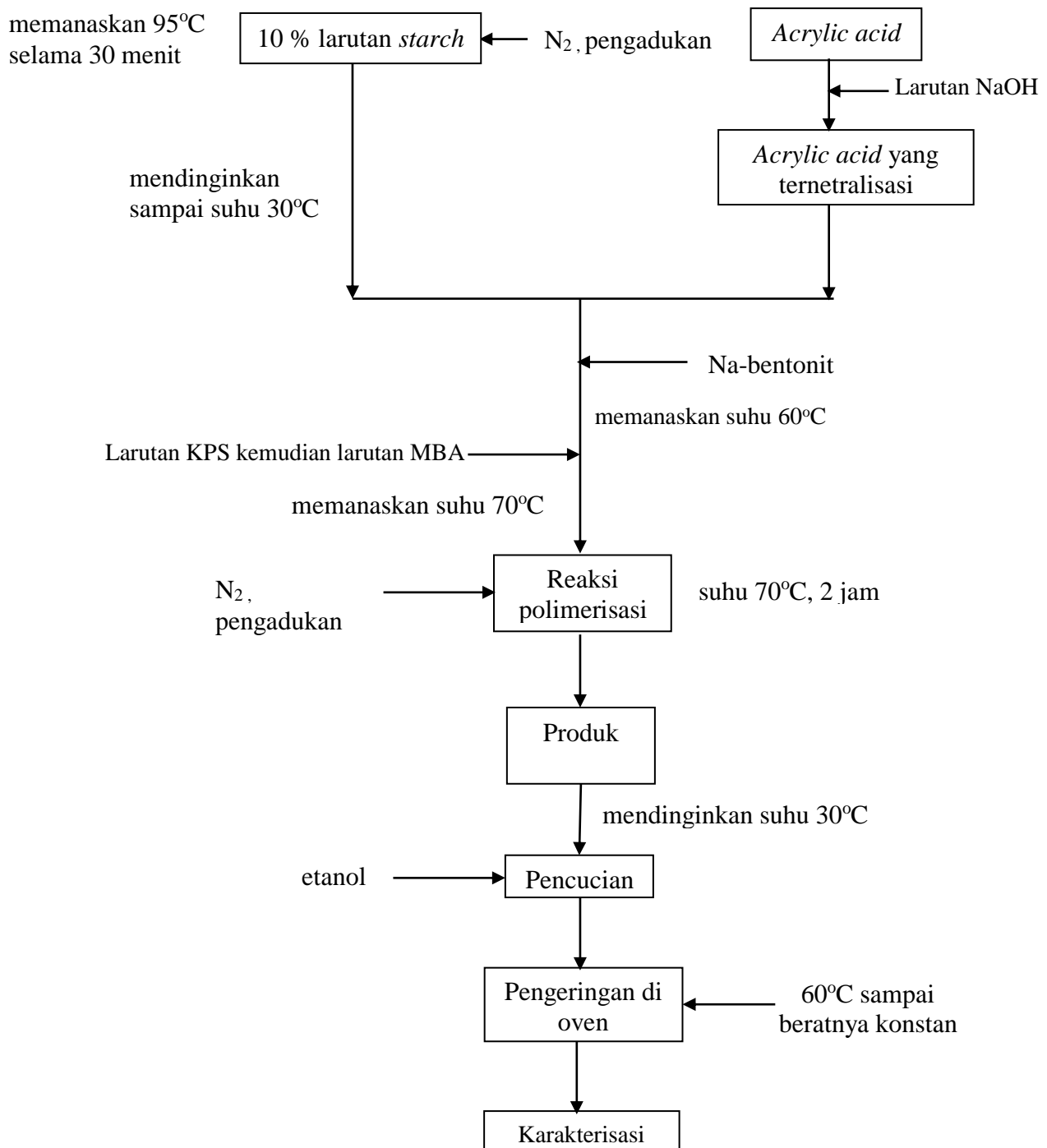
1. Mengambil *acrylic acid* sesuai variable yang telah ditentukan.
2. Menimbang NaOH (gram) sebanyak 40% mol dari *acrylic acid* kemudian melarutkannya dalam aquadest pada suhu ruang.
3. Mencampurkan *acrylic acid* dan NaOH telarut dan mengaduknya sampai homogen.

Sintesa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit

Prosedur sintesa gel komposit dengan metode *polimerisasi larutan* secara skematis dapat dilihat pada Gambar 3.3. Kondisi operasi yaitu waktu dan suhu gel sintesa gel komposit St-g-AA/bentonit, disesuaikan dengan variabel yang telah ditetapkan. Prosedur sintesa gel komposit St-g-AA/bentonit adalah sebagai berikut :

1. Memasukkan 10% larutan *starch* ke dalam labu leher tiga sebagai reaktor yang dilengkapi pengaduk, kondenser, dan pengatur suhu kemudian memanaskan sampai 95°C selama 30 menit
2. Mendinginkan larutan *starch* sampai suhu 30°C, kemudian menambahkan monomer *acrylic acid* yang telah dinetralisasi dengan NaOH 40% (derajat netralisasi) selanjutnya menambahkan Na-bentonit sesuai variabel, dan setelah itu memanaskan campuran tersebut sampai 60°C
3. Setelah suhu mencapai 60°C menambahkan larutan inisiator ($K_2S_2O_8$), setelah itu menambahkan bahan jaringan (*crosslinker*) N’N-methylenebisacrylamide yang telah dilarutkan dan selanjutnya menaikkan suhu campuran sampai 70°C disertai aliran gas nitrogen dan pengadukan.
4. Membiarkan reaksi polimerisasi selama 2 jam.
5. Mencuci produk yang dihasilkan dengan etanol selama 1 jam.
6. Menyaring produk dan kemudian meletakkan dalam cawan uap dan memasukkan ke dalam oven pada suhu 60°C sampai beratnya konstan.
7. Melakukan karakterisasi terhadap produk gel komposit St-g-AA/bentonit hasil sintesa

Skema sintesa gel komposit St-g-AA/bentonit dapat dilihat pada gambar 3.3 berikut.



Gambar 3.3 Skema Sintesa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit

3.6 Penentuan Kapasitas Penyerapan Air

Penentuan kapasitas penyerapan dengan metode gravimetrik yaitu menghitung perubahan berat polimer gel sebelum dan sesudah penyerapan. Metode tersebut dilakukan dengan cara gel komposit St-g-AA/bentonit kering ditimbang sebanyak 0,26 gram lalu direndam dalam 100 ml akuades dalam gelas kimia disertai pengadukan pada suhu ruang sampai jenuh (keseimbangan *swelling*). Setelah itu, gel komposit St-g-AA/bentonit diangkat dan disaring serta permukaannya dikeringkan dengan menggunakan tissue sampai tidak ada air yang menetes, kemudian ditimbang kembali. Kapasitas penyerapan air pada gel komposit St-g-AA/bentonit dipelajari dengan menggunakan persamaan dari penelitian Ge dan Wang (2014) sebagai berikut :

$$\text{Kapasitas Penyerapan (g/g)} = (W' - W) / W$$

dimana W' = berat gel komposit St-g-AA/bentonit akhir (gram)

W = berat gel komposit St-g-AA/bentonit awal (gram)

Sedangkan kapasitas penyerapan dengan metode volumetrik yaitu menghitung perubahan volume air sebelum dan setelah proses penyerapan agar dapat diketahui volume yang dapat dicapai saat *swelling* maksimum/polimer gel jenuh. Sebanyak 0,5ml gel komposit St-g-AA/B kering diletakkan dalam gelas ukur 250ml kemudian ditambahkan akuades sampai jenuh (*swelling* maksimum) disertai pengadukan. Sisa air yang tidak terserap diambil dengan menggunakan *tissue*, kemudian dilihat volume akhir gel komposit saat terjadi *swelling* maksimum.

$$\text{Kapasitas Penyerapan (ml/ml)} = (V' - V) / V$$

dimana V' = volume gel komposit St-g-AA/bentonit akhir (ml)

V = volume gel komposit St-g-AA/bentonit awal (ml)

Sedangkan untuk mengetahui laju penyerapan terhadap air, gel komposit St-g-AA/bentonit yang dihasilkan direndam dalam akuades. Setiap 30 menit gel komposit St-g-AA/bentonit ditimbang kemudian direndam lagi sampai mencapai keseimbangan *swelling* dengan ditandai berat yang mendekati konstan dalam waktu yang berbeda.

3.7 Analisa Gel Komposit St-g-AA/Bentonit

Beberapa metode analisa akan diaplikasikan dalam percobaan ini untuk mengetahui karakteristik dari produk yang dihasilkan yaitu :

1. Gugus kimia

Analisa mengenai gugus-gugus kimia dilakukan untuk mengetahui mekanisme dan keberlangsungan reaksi polimerisasi gel komposit St-g-AA/bentonit. Analisa ini dilakukan dengan menggunakan *fourier transform infrared* (FTIR). Analisis dengan FTIR ini juga dilakukan untuk memastikan komponen utama yang terkandung dalam *acrylic acid*, *starch*, Na-bentonit, dan N,N-methylene bisacrylamide (sebelum reaksi dilakukan) dan produk gel komposit St-g-AA/bentonit.

2. Morfologi produk

Uji morfologi ini dilakukan dengan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*). Analisa ini hanya dilakukan terhadap produk dengan kapasitas penyerapan maksimum dan minimum. Dari gambar yang dihasilkan kemudian diperkirakan yang meliputi gambaran porinya.

3. *X-ray Diffraction* (XRD)

Teknik *X-Ray Diffraction* (XRD) merupakan proses analisis padatan kristal maupun amorf. Analisa XRD digunakan untuk melihat susunan polimer pada *starch*, asam akrilat, bentonit, dan gel komposit St-g-AA/bentonit. Pendeteksian sampel XRD menghasilkan spektrum dengan puncak-puncak intensitas pada sudut 2θ tertentu. Spektrum yang dihasilkan kemudian dicocokkan dengan data referensi yang sudah baku, selanjutnya dapat diidentifikasi puncak-puncak difraksi oleh fase-fase tertentu.

4. *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Analisa DSC merupakan analisa termal yang dapat dipakai untuk mengukur sifat-sifat fisik dan kimia gel komposit St-g-AA/bentonit sebagai fungsi dari suhu dengan cara mengukur perbedaan suhu antara sampel dan referen inert untuk mendapatkan titik kritis panas seperti titik leleh, kapasitas panas spesifik, dan entalpi.

5. *Nuclear Magnetic Resonance (NMR)*

Nuclear Magnetic Resonance (NMR) digunakan untuk menentukan struktur dari komponen alami dan sintetis yang baru. Spektroskopi resonansi magnet inti seringkali disebut NMR termasuk ke dalam spektroskopi absorpsi seperti halnya dengan spektroskopi infra merah atau spektroskopi ultra violet. Dasar dari spektroskopi NMR adalah absorpsi radiasi elektromagnetik dengan frekuensi radio oleh inti atom. Frekuensi radio yang digunakan berkisar dari 0,1 sampai dengan 100 MHz. Bahkan, baru-baru ini ada spektrometer NMR yang menggunakan radio frekuensi sampai 500 MHz.

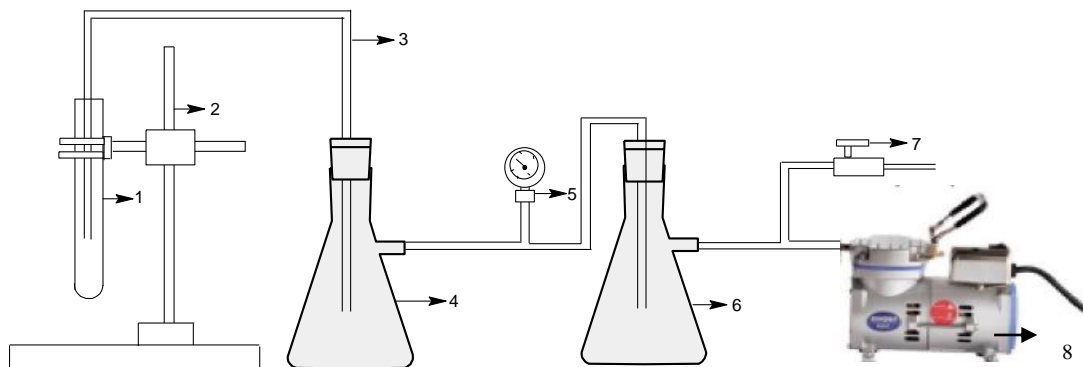
6. Uji Waktu Gelasi

Penentuan waktu gelasi dilakukan dengan metode tes botol (Sydansk 1990). Metode tes botol yaitu pengukuran waktu gelasi semi kuantitatif yang dipilih karena cepat dan murah untuk mempelajari waktu pembentukan gel dalam berbagai variasi konsentrasi gel dan suhu dalam tabung reaksi atau botol dengan cara membalik botol untuk mengamati perilaku aliran gel dibawah pengaruh gravitasi untuk diamati perubahan secara fisik dan waktu mulai terbentuknya gel (waktu gelasi). Metode ini dilakukan dengan cara mengamati secara visual dalam interval waktu (setiap lima menit) selama 60 menit saat larutan gel berubah menjadi gel yang mengalir (*flowing gel*). Metode test botol dilakukan dengan memberikan kode dari sifat larutan gel hingga menjadi gel (kode gel dapat dilihat pada lampiran) saat dilakukan pengamatan secara visual. Variasi suhu yang digunakan yaitu 30 dan 60. Sedangkan variasi konsentrasi gel yang digunakan yaitu 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5%wt. Setiap sampel diukur tiga kali untuk mengurangi percobaan kesalahan.

7. Uji Kekuatan Gel

Kekuatan gel komposit St-g-AA/bentonit dapat diukur dengan menggunakan metode "*breakthrough vacuum*" (Xin dan Zhao, 2017). Gel disiapkan (kira-kira 30 ml) dan dipindahkan ke dalam *cuvette*. Prosedur Uji Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B sebagai berikut :

1. Menghubungkan *cuvette* ($d = 2,5 \text{ cm}$; $t = 20 \text{ cm}$) dan pressure gauge dengan pipa kaca U ($d \text{ dalam} = 1 \text{ mm}$) dengan menggunakan karet proff seperti pada rangkaian gambar
2. Memposisikan ujung pipa kaca U pada 1,5 cm dibawah permukaan gel
3. Mulai mengoperasikan pompa vakum dengan menutup valve pompa perlahan-lahan
4. Mencatat tekanan maksimal pada pressure gauge sebagai tekanan akhir ketika udara mulai menerobos gel
5. Melakukan pengukuran masing – masing sample sebanyak tiga kali dan rata-rata tekanan digunakan sebagai tekanan akhir gel



Keterangan :

- | | |
|-----------------------------|-----------------------------|
| 1. <i>Cuvette</i> | 5. <i>Pressure Gauge</i> |
| 2. <i>Statif dan Klem</i> | 6. <i>Filtering Flask 2</i> |
| 3. <i>Pipa Kaca U</i> | 7. <i>Valve Pompa Vakum</i> |
| 4. <i>Filtering Flask 1</i> | 8. <i>Pompa Vakum</i> |

Gambar 3.4. Rangkaian Alat Uji Kekuatan Gel

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

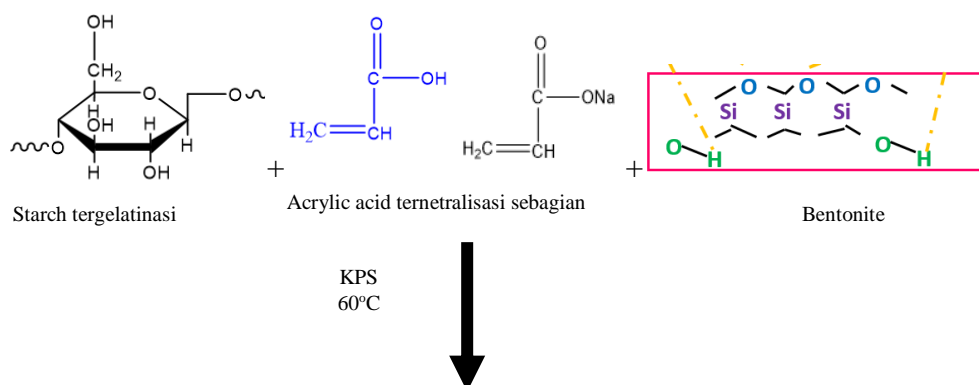
4.1 Sintesis Gel Komposit *Starch-Graft-Acrylic Acid/Bentonite* (St-g-AA/B)

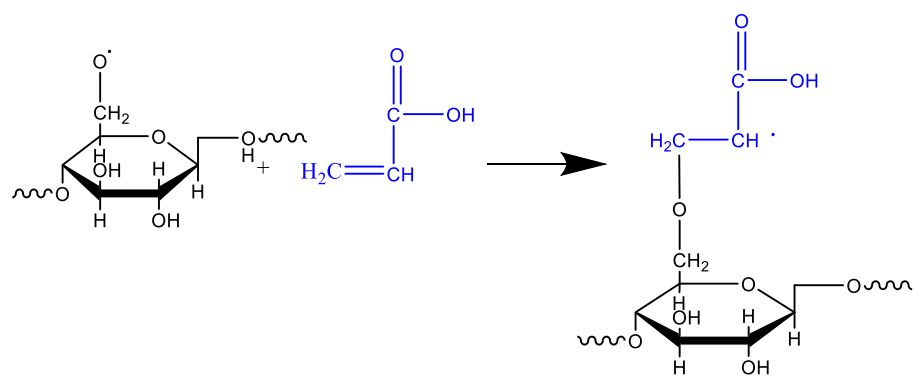
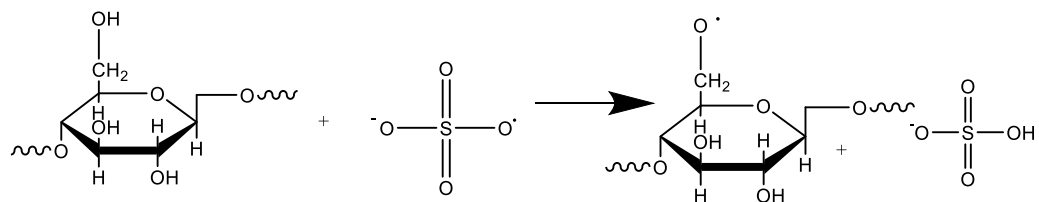
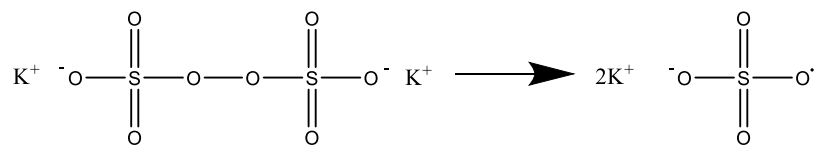
Gel komposit *starch-graft-acrylic acid/bentonite* (St-g-AA/B) berhasil disintesis melalui reaksi kopolimerisasi *graft* dengan menggunakan modifikasi metode Ren, dkk (2012) dan Kulkarni, dkk (2014). Pada metode yang dilakukan oleh Ren, dkk (2012) pada tahap awal dilakukan gelatinasi *starch* kemudian dilakukan inisiasi dengan pencampuran KPS, setelah itu dilakukan pencampuran *acrylic acid*, *acrylamide*, dan MBA kedalam campuran dan dihasilkan produk. Tahap ini tidak menggunakan bentonit sebagai *filler* dan penambahan MBA pada campuran tidak dilarutkan terlebih dahulu dalam aquadest, sehingga memungkinkan terjadinya aglomerasi pada MBA dan tidak homogenya MBA pada jaringan polimer. Sedangkan pada metode Kulkarni, dkk (2014) pada tahap awal dilakukan gelatinasi *starch* kemudian ditambahkan *acrylic acid*, bentonit, dan MBA setelah itu ditambahkan KPS untuk memulai reaksi inisiasi. Tahap ini tidak dapat dijelaskan tahapan antara terjadinya reaksi *grafting* dan *crosslink* dikarenakan crosslinker terlebih dahulu ditambahkan kedalam campuran selanjutnya pada tahap akhir ditambahkan KPS untuk inisiasi. Selain itu penambahan MBA juga tidak dilarutkan terlebih dahulu dalam aquadest, hal ini dimungkinkan terjadinya aglomerasi serta kurang homogenya MBA dalam jaringan sehingga dapat menyebabkan kurang maksimalnya struktur tiga dimensi dari produk polimer gel. Oleh sebab itu perlu dilakukan modifikasi dalam proses polimerisasi serta teknik penambahan bahan seperti MBA, KPS, dan bentonit.

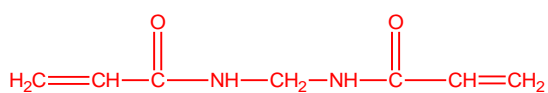
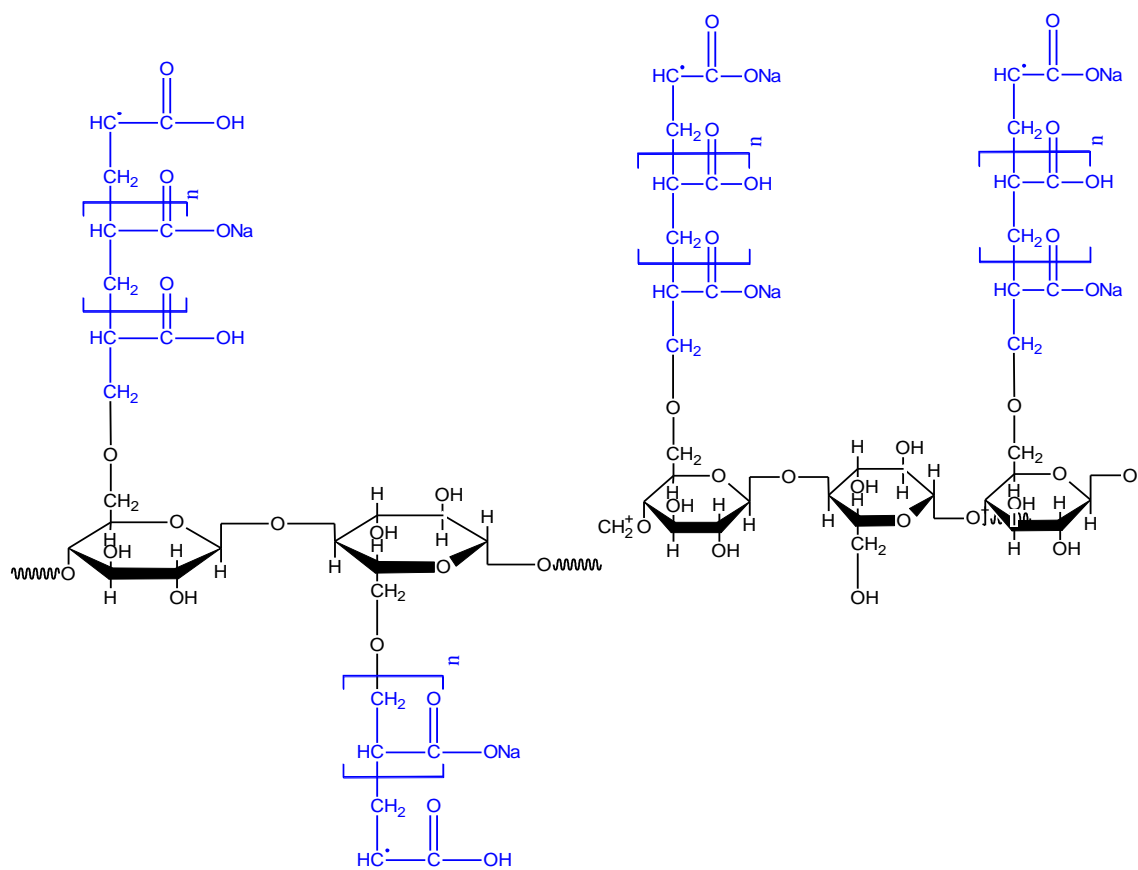
Pada penelitian ini dilakukan pencampuran merata antara *starch* yang telah tergelatinasi diawal dengan *acrylic acid* yang ternetralisasi 40% dengan NaOH dilakukan terlebih dahulu untuk menjamin terbentuknya campuran homogen. Selanjutnya penambahan bentonit dengan tujuan agar Na-bentonit lebih cepat terdistribusi merata dalam campuran. Selanjutnya dilakukan penambahan larutan KPS untuk memulai reaksi *grafting*. Kemudian penambahan bahan jaringan (*crosslinker*) N'-N-methylenebisacrylamide (MBA) yang sudah dilarutkan dalam

aquadest dilakukan supaya tidak terjadi aglomerasi dan tercampur sempurna sehingga dihasilkan jaringan polimer tiga dimensi yang sempurna.

Proses polimerisasi grafting diawali dengan penambahan larutan KPS sebagai inisiator untuk membentuk anion radikal sulfate sehingga dapat menyerang gugus hidroksil pada *starch*. Gugus hidroksil (-OH) pada *starch* yang diserang oleh anion radikal yaitu atom C primer pada posisi atom C₆, dikarenakan atom C₆ bersifat lebih reaktif dan memiliki keuntungan lokasi sterik (halangan steriknya rendah) dari pada posisi atom C lainnya (yang dibuktikan pada hasil analisa NMR). Setelah gugus hidroksil *starch* terinisiasi, kemudian makro radikal *starch* menyerang ikatan rangkap C=C pada monomer *acrylic acid* membentuk makro radikal *starch*-O-CH₂-CH*-COONa. Selanjutnya makro radikal tersebut menyerang kembali ikatan rangkap pada monomer *acrylic acid* lainnya sehingga membentuk rantai cangkok *polyacrylic acid* yang panjang. Pada tahap ini merupakan tahap propagasi yaitu pertumbuhan rantai *polyacrylic acid* yang telah tercangkok (*graft*) pada tulang punggung (pati) *starch*. N’N-methylenebisacrylamide (MBA) sebagai bahan jaringan (*crosslinker*) yang sudah terdistribusi merata dalam campuran diawal akan berhubungan silang membentuk struktur jaringan tiga dimensi gel komposit. Pada saat itu juga bentonit sudah tersebar merata pada jaringan polimer gel dan akan terjebak secara fisik dalam jaringan polimer gel komposit. Bentonit juga dapat berikatan dengan gugus karboksil pada *acrylic acid* (Hosseinzadeh dkk, 2011). Dengan menggunakan tahapan proses polimerisasi *grafting* diatas, mekanisme reaksi dapat ditunjukkan pada Gambar 4.1 berikut :

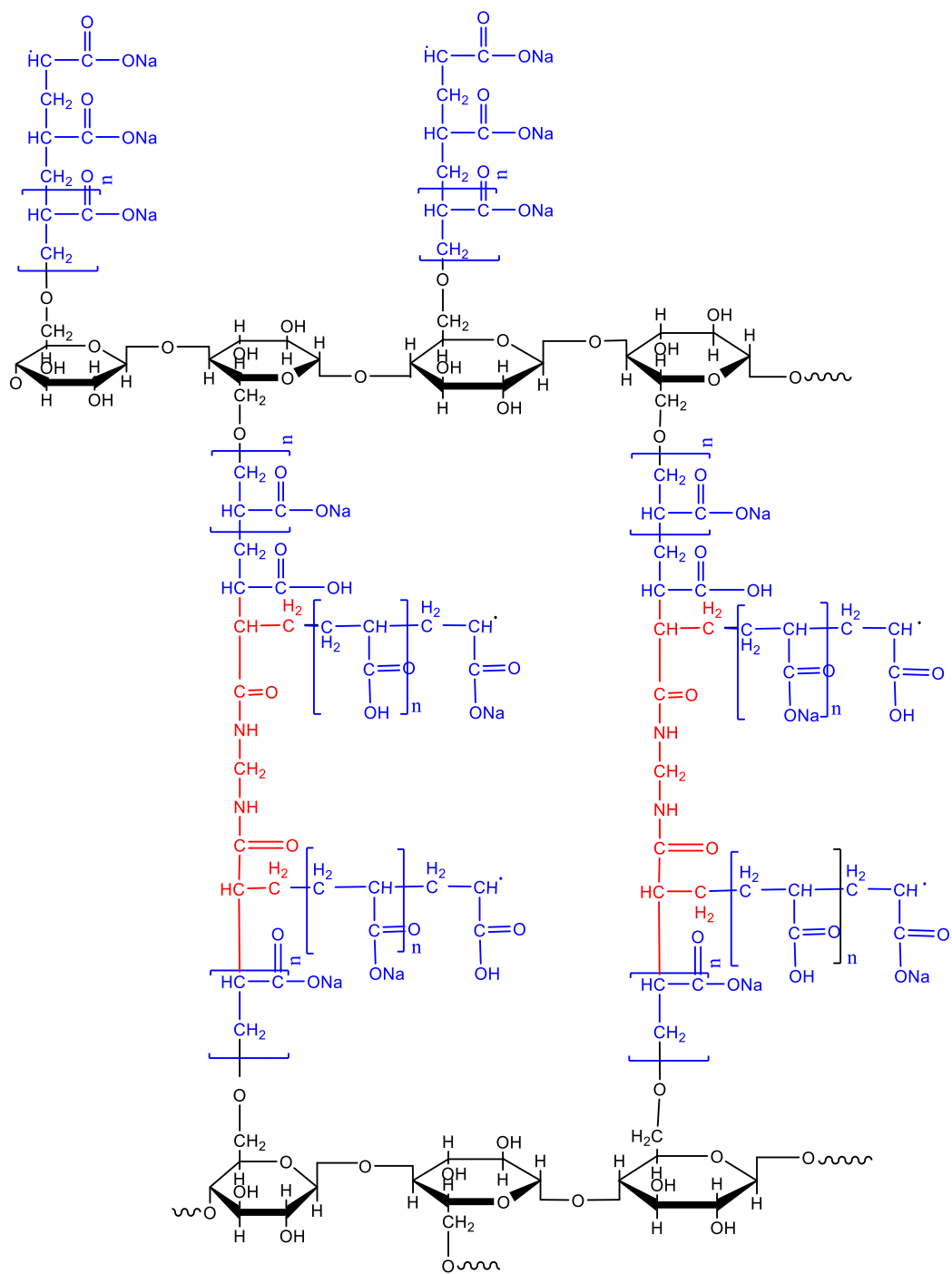


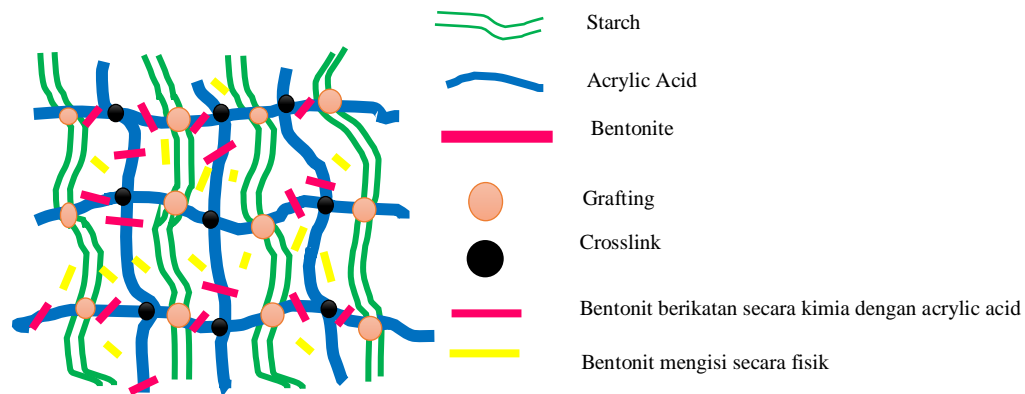




MBA

70°C

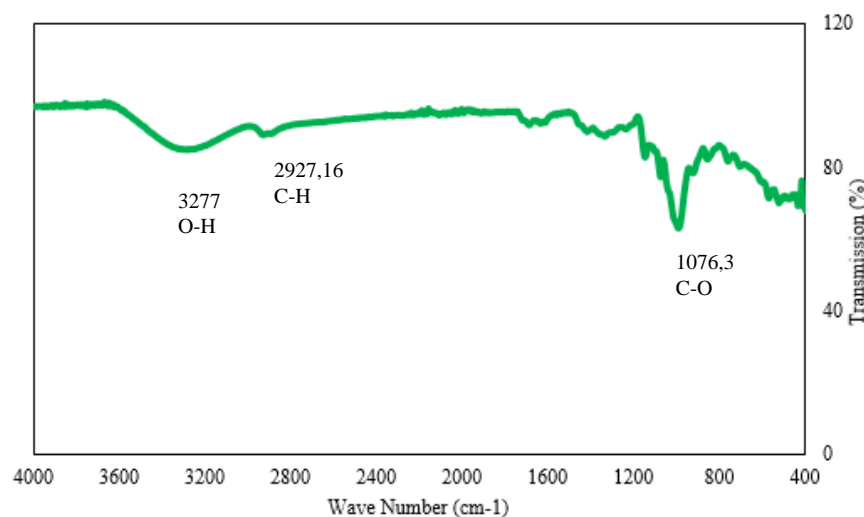




Gambar 4.1 Mekanisme Reaksi Polimerisasi *Grafting Crosslink* pada Gel Komposit St-g-AA/B

4.2 Analisa *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR)

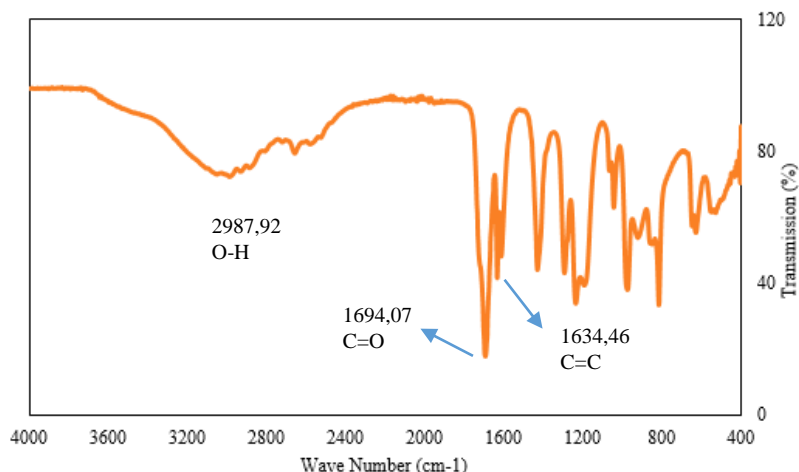
Karakterisasi produk gel komposit St-g-AA/B dilakukan dengan menggunakan spektroskopi FTIR. Analisa FTIR untuk mengetahui gugus – gugus fungsi pembentuk gel komposit St-g-AA/B yang telah disintesis, terukur dari interaksi antara vibrasi gugus – gugus molekul penyusun produk terhadap radiasi sinar inframerah. Berikut merupakan hasil analisa FTIR untuk *starch*.



Gambar 4.2 Spektrum FTIR untuk *Starch*

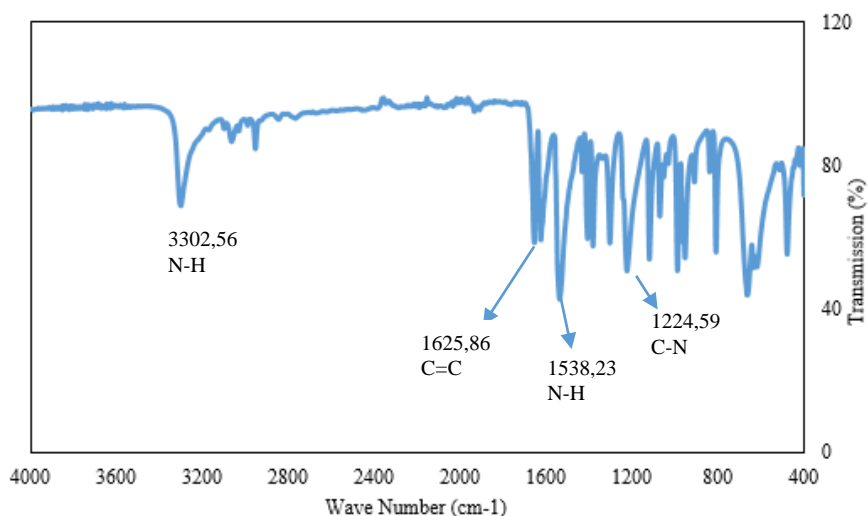
Starch mengandung gugus fungsi C-H, C-O, dan OH. Hasil interpretasi spectrum FTIR untuk starch harus mengandung gugus - gugus diatas. Berdasarkan hasil interpretasi, spektrum FTIR *starch* menunjukkan puncak bilangan gelombang yang lebar dan kuat pada 3277 cm^{-1} yang menyatakan gugus O-H. Sedangkan bilangan gelombang $1076,3\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus C-O

peregangan cincin glukosa anhidrat pada *starch* (Nakason dkk, 2010). Selain itu, tampak bahwa pada bilangan gelombang $2927,16\text{ cm}^{-1}$ terbentuk puncak, di mana hal ini menunjukkan terdapatnya gugus C-H pada *starch*.



Gambar 4.3 Spektrum FTIR untuk *Acrylic Acid*

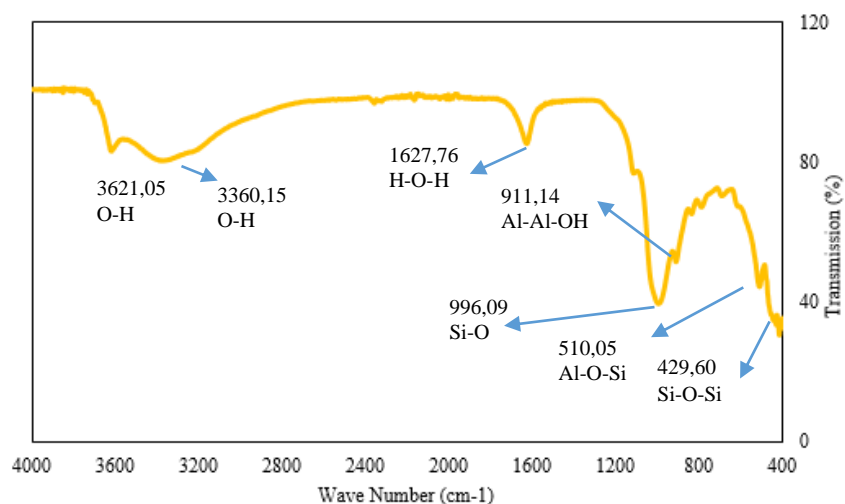
Acrylic acid mengandung gugus fungsi O-H, C=O, dan C=C. Oleh sebab itu, pada hasil interpretasi spectrum FTIR harus ada gugus-gugus tersebut. Hasil interpretasi spektrum FTIR untuk acrylic acid menunjukkan adanya puncak dengan bilangan gelombang $2987,92\text{ cm}^{-1}$. Hal ini menunjukkan adanya gugus O-H pada acrylic acid. Sedangkan bilangan gelombang $1694,07\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan C=O, sedangkan gugus C=C berada pada bilangan gelombang $1634,46\text{ cm}^{-1}$.



Gambar 4.4 Spektrum FTIR untuk Bahan Jaringan MBA

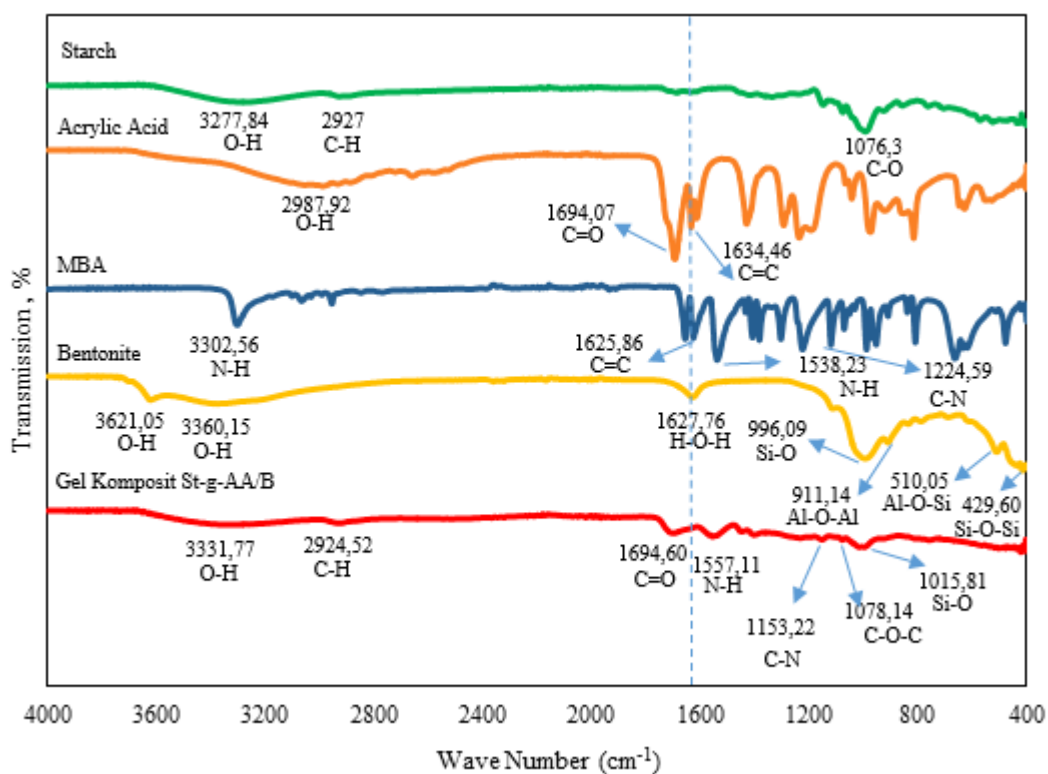
Sementara itu hasil interpretasi spektrum FTIR untuk MBA menunjukkan gugus N-H pada puncak bilangan gelombang $3302,56\text{ cm}^{-1}$, bilangan gelombang

1625,86 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus C=C, sedangkan bilangan gelombang 1538,23 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan N-H, dan pada bilangan gelombang 1224,59 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-N pada MBA.



Gambar 4.5 Spektrum FTIR untuk Bentonit

Sedangkan hasil interpretasi spektrum FTIR untuk bentonit menunjukkan ikatan O-H yang tajam dan lebar berada pada bilangan gelombang 3621,05; dan 3360,15 cm^{-1} , ikatan tekuk H-O-H berada pada bilangan gelombang 1627,76 cm^{-1} , bilangan gelombang 996,09 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Si-O, bilangan gelombang 911,14 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan Al-Al-OH. Sedangkan bilangan gelombang 510,05 cm^{-1} menyatakan adanya ikatan Al-O-Si dan bilangan gelombang 429,60 cm^{-1} menyatakan adanya ikatan Si-O-Si pada bentonit.

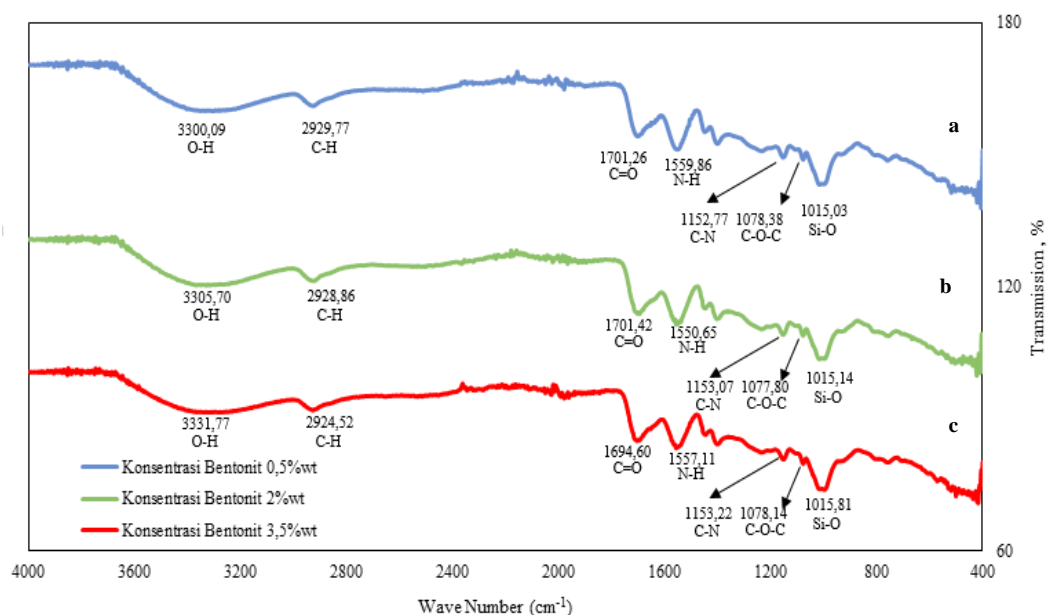


Gambar 4.6 Spektrum FTIR *Starch*, *Acrylic Acid*, MBA, Bentonit dan Gel Komposit St-g-AA/B

Gambar 4.6 diatas menunjukkan spektrum FTIR *starch*, *acrylic acid*, MBA, bentonit dan produk gel komposit St-g-AA/B. Karena produk gel komposit St-g-AA/B ini merupakan gabungan dari keempat bahan diatas, maka gugus kimia yang ada pada keempat senyawa tersebut harus terdapat pada produk gel komposit St-g-AA/B. Spetrum FTIR untuk produk gel komposit St-g-AA/B menunjukkan puncak bilangan gelombang O-H serta N-H yang lebar dan kuat pada 3331,77 cm^{-1} , puncak gelombang C-H pada 2924,52 cm^{-1} , puncak gelombang C=O pada 1694,60 cm^{-1} , puncak gelombang ikatan N-H pada 1557,11 cm^{-1} , puncak gelombang ikatan C-N pada 1153,22 cm^{-1} , pada puncak gelombang 1078,14 cm^{-1} menyatakan adanya ikatan C-O-C, serta puncak gelombang ikatan Si-O berada pada bilang gelombang 1015,81 cm^{-1} .

Dari gambar diatas dapat dibandingkan spektrum FTIR keempat bahan dengan produk gel komposit St-g-AA/B dimana terlihat beberapa puncak pada titik yang sama yang menandakan adanya ikatan yang sama. Ikatan ini membuktikan bahwa *starch*, *acrylic acid*, dan MBA telah terdapat pada produk St-

g-AA/B. Selain itu hasil spektrum FTIR produk tidak ditemukan adanya bilangan gelombang $1634,46\text{ cm}^{-1}$ dan $1625,86\text{ cm}^{-1}$ yang menyatakan tidak adanya ikatan C=C pada produk. Hal tersebut membuktikan bahwa reaksi kopolimerisasi *grafting* dan *crosslink* MBA pada gel komposit berhasil dilakukan dan reaksi *grafting* terjadi pada karbon rangkap dua pada monomer *acrylic acid*. Hasil serupa juga dilaporkan oleh Kulkarni, dkk (2014) bahwa pada produk komposit superabsorbent polimer hasil penelitiannya tidak ditemukan adanya puncak gelombang 1641 cm^{-1} yang menyatakan ikatan C=C pada *acrylic acid*. Pada produk St-g-AA/B juga terdapat puncak pada bilangan gelombang $1015,81\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya ikatan Si-O yang dimiliki bentonit terdapat pada produk gel komposit St-g-AA/B, hal tersebut menandakan bahwa bentonit dapat berikatan dengan gugus karboksil *acrylic acid* pada gel komposit St-g-AA/B. Pada penelitian Ogawa (1989) menyatakan bahwa polimerisasi komposit terjadi interaksi antara monomer dengan bentonit membentuk ikatan yang kompleks melalui pertukaran ion dan ikatan hidrogen pada permukaan atom oksigen.



Gambar 4.7 Spektrum FTIR Gel Komposit St-g-AA/B pada Konsentrasi Bentonit (a) 0,5% wt; (b) 2% wt; dan (c) 3,5% wt *acrylic acid*

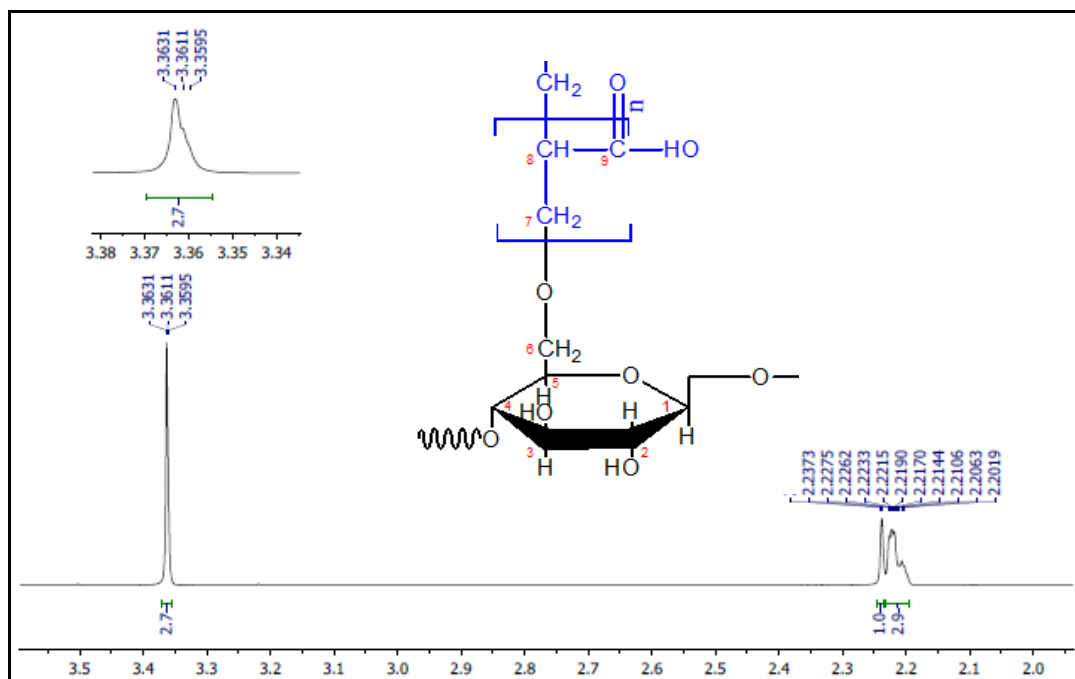
Pada Gambar 4.7 terlihat beberapa spektrum FTIR gel komposit St-g-AA/B dengan sampel variasi konsentrasi bentonit 0,5% wt; 2% wt; dan 3,5% wt. Dari ketiga kurva pada gambar tersebut terlihat bahwa spektrum FTIR gel komposit dengan konsentrasi bentonit berbeda menghasilkan beberapa peak pada

kurva yang hampir sama. Adanya ikatan O-H dan C-H pada *starch* berada pada puncak gelombang $3300,09\text{ cm}^{-1}$ dan $2929,77\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $3305,70\text{ cm}^{-1}$ dan $2928,86\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $3331,77\text{ cm}^{-1}$ dan $2924,52\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt monomer. Ikatan C=O yang menandakan ciri khas *acrylic acid* muncul pada puncak gelombang $1701,26\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $1701,42\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $1694,60\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt monomer. Adanya ikatan N-H yang menandakan ciri khas dari MBA berada pada puncak bilangan gelombang $1559,86\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $1550,65\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $1557,11\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt *acrylic acid*. Sedangkan ikatan C-N muncul pada puncak bilangan gelombang $1152,77\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $1553,07\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $1153,22\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt *acrylic acid*. Ikatan C-O-C juga muncul pada bilangan gelombang $1078,38\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $1077,80\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $1078,14\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt monomer *acrylic acid*. Sedangkan untuk ikatan Si-O yang menandakan ciri khas adanya bentonit ditunjukkan oleh munculnya puncak bilangan gelombang $1015,03\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 0,5%wt, $1015,14\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 2%wt, $1015,81\text{ cm}^{-1}$ untuk konsentrasi bentonit 3,5%wt *acrylic acid*. Dengan munculnya beberapa puncak bilangan gelombang yang menandakan adanya ciri khas gugus fungsi keempat bahan pada kurva FTIR produk serta tidak adanya ikatan C=C pada produk dengan konsentrasi bentonit yang berbeda, hal tersebut membuktikan bahwa reaksi *grafting* dan *crosslink* pada berbagai konsentrasi bentonit berhasil dilakukan. Pada konsentrasi bentonit yang berbeda peak yang menandakan adanya bentonit muncul dan sedikit ada pergeseran, hal tersebut menandakan adanya interaksi antara bentonit dengan gugus hidroksil pada jaringan gel komposit St-g-AA-B. Pada kurva terlihat dengan semakin banyaknya konsentrasi bentonit, peak yang menandakan adanya ikatan Si-O pada bentonit semakin curam. Hal tersebut disebabkan karena semakin banyaknya konsentrasi bentonit maka semakin banyak pula bentonit yang dapat berikatan dengan gugus karboksi pada gel komposit St-

g-AA/B sehingga menghasilkan puncak pada spektrum FTIR yang lebih tajam dan mudah untuk membaca kurva pada hasil analisa FTIR.

4.3 Analisa *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR)

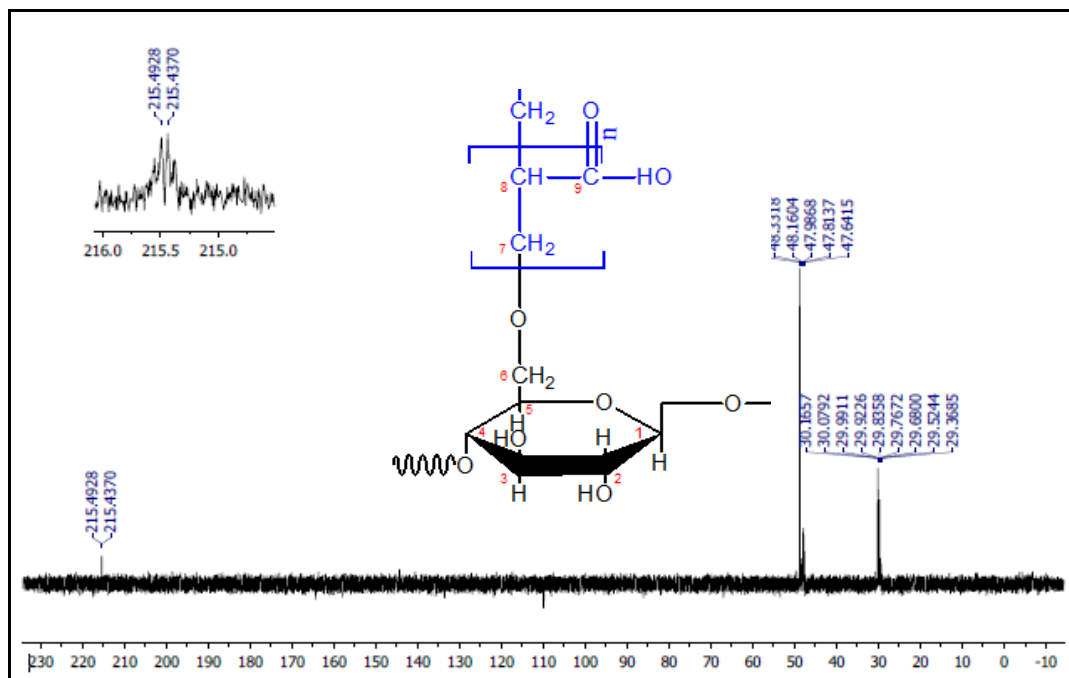
Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy merupakan teknik analisa kimia yang digunakan dalam quality control oleh para peneliti untuk menentukan kadar dan kemurnian sampel serta struktur molekulnya. Analisa NMR pada penelitian ini dilakukan untuk mendukung hasil analisa FTIR yang bertujuan mengetahui struktur kopolimer dari St-g-AA serta membuktikan keberhasilan dari sintesa *starch graft acrylic acid* sebelum dilakukan *crosslink* dengan bahan jaringan MBA. Pada penelitian ini tidak dilakukan analisa NMR gel komposit St-g-AA/B dikarenakan pada analisa NMR tidak ada pelarut yang sesuai untuk melarutkan gel komposit. Selain itu juga dikarena bahwa gel hanya bisa *swelling* namun tidak bisa larut. Dalam uji ini, digunakan kopolimer dengan perbandingan *starch* dan *acrylic acid* 1 : 3. Uji dilakukan menggunakan spectrometer BRUKER dengan melarutkan 6,25 mg kopolimer kedalam 0,5 ml pelarut D₂O. Didapatkan hasil karakterisasi pada ¹H NMR (500 MHz) untuk starch graft acrylic acid yang ditunjukkan pada Gambar 4.8 berikut :



Gambar 4.8 Spektrum ¹H NMR pada *Starch-graft-Acrylic Acid*

Dari Gambar 4.8 dapat dilihat bahwa puncak spektrum NMR dari proton pada *starch-graft-acrylic acid*. Karakteristik proton dari *acrylic acid* yang digrafting (dicangkok) pada *starch* ditunjukkan pada puncak $\delta = 2,2019\text{--}2,2275$ ppm merupakan atom hidrogen yang terikat pada C₇ dari CH₂ *acrylic acid*. Selain itu pada puncak $\delta = 2,2373\text{--}2,2393$ ppm merupakan atom hidrogen yang terikat pada C₈ dari CH *acrylic acid*. Karakteristik proton dari *starch* yang tercangkok *acrylic acid* ditunjukkan oleh puncak $\delta = 3,3595$ ppm merupakan atom hidrogen yang terikat pada C₆ dari CH₂-O *starch*. Puncak $\delta = 3,3611$ ppm merupakan atom hidrogen yang terikat pada C₁, dan C₄ dari CH-O *starch*. Sedangkan pada puncak $\delta = 3,3631$ ppm merupakan atom hidrogen yang terikat pada C₂, C₃, dan C₅ dari CH-OH *starch*. Dari spektrum ¹H NMR pada *starch-graft-acrylic acid* dapat diketahui terdapat seluruh proton yang menyusun *starch graft acrylic acid*. Didapatkannya puncak yang menandakan adanya CH₂-O pada *starch* dan CH pada *acrylic acid*, hal tersebut menandakan bahwa reaksi *grafting* telah berhasil dilakukan dan terjadi pada atom karbon C₆ pada *starch*. Selain itu pada spektrum ¹H NMR St-g-AA tidak ditemukan adanya puncak pada $\delta = 4,5\text{--}6,5$ ppm yang merupakan puncak dari gugus vinylic C=C pada *acrylic acid*. Hal juga membuktikan bahwa reaksi *grafting* berhasil dilakukan dan terjadi pada atom C=C pada *acrylic acid* yang mendukung hasil analisa FTIR. Hasil spektrum ¹H NMR tersebut juga sama dengan yang dilakukan oleh Witono R. Judy, dkk (2013) yang membuktikan keberhasilan reaksi *grafting acrylic acid* pada *backbone starch*.

Analisis ¹H NMR memberikan indikasi kuat bahwa reaksi *grafting* telah berhasil dilakukan. Untuk mengkonfirmasi lebih lanjut bahwa *acrylic acid* berhasil dicangkokkan pada rantai *starch*, dilakukan pula karakterisasi pada spektrum ¹³C NMR (125 MHz) untuk *starch graft acrylic acid* (St-g-AA) yang ditunjukkan pada Gambar 4.9 berikut :



Gambar 4.9 Spektrum ^{13}C NMR pada *Starch-graft-Acrylic Acid*

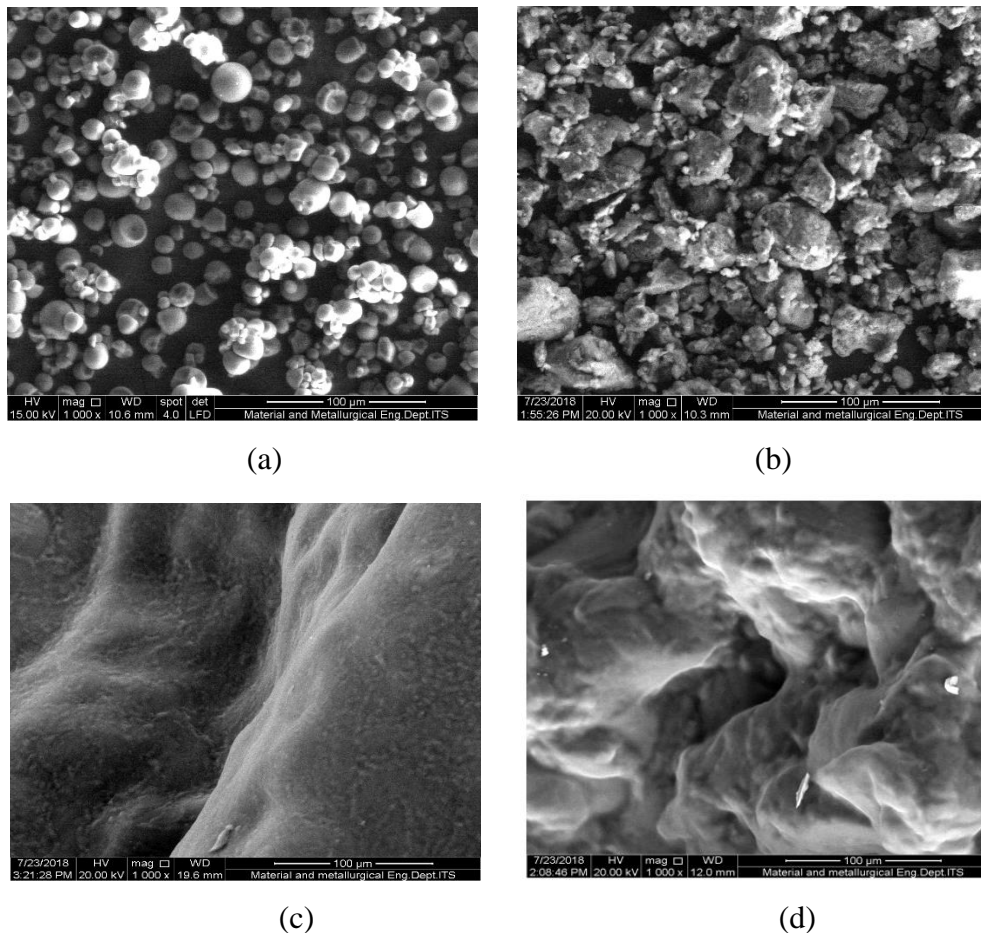
Terlihat pada Gambar 4.9 adanya puncak $\delta = 29,3685 - 30,1657$ ppm merupakan atom karbon dari CH_2 pada *acrylic acid* yang tercangkok pada tulang punggung *starch*. Puncak pada $\delta = 47,6415 - 48,8056$ ppm merupakan unit atom karbon $-(\text{CH}-\text{CH}_2)-n$ *acrylic acid* yang tergrafting pada *starch*. Hal serupa juga telah dilakukan oleh Pal Sagar, dkk (2010) pada hasil spektrum ^{13}C NMR penelitiannya ditemukan puncak pada $\delta = 48,3$ ppm yang merupakan atom karbon dari unit $-(\text{CH}-\text{CH}_2)-n$ *acrylic acid* dalam rantai *graft*. Selain itu pada Gambar 4.9 terlihat adanya puncak pada $\delta = 215,4370 - 215,4928$ ppm yang merupakan atom karbon C_9 dari $\text{C}=\text{O}$ pada *acrylic acid*. Hasil spektrum ^{13}C NMR pada penelitian Tomar, dkk (2014) juga ditemukan adanya puncak pada $\delta = 184$ ppm yang merupakan atom karbon dari $\text{C}=\text{O}$ pada *acrylic acid*. Pada hasil spektrum ^{13}C NMR St-g-AA tidak ditemukan adanya puncak pada $\delta = 100 - 150$ ppm yang merupakan unit atom karbon dari alkene $\text{C}=\text{C}$ pada *acrylic acid*. Hal tersebut membuktikan bahwa reaksi *grafting* berhasil dilakukan dan terjadi pada atom karbon rangkap pada *acrylic acid*.

Hasil analisa spektrum ^1H dan ^{13}C NMR pada *starch-graft-acrylic acid* memberikan dukungan terhadap hasil analisa FTIR yang membuktikan bahwa *starch-graft-acrylic acid* berhasil disintesa melalui reaksi kopolimerisasi

grafting acrylic acid pada *backbone starch* sebelum dilakukan *crosslink* dengan penambahan bahan jaringan MBA.

4.4 Analisa *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Selain dari gugus fungsi yang teramati dalam spektrum FTIR dan NMR, keberhasilan kopolimerisasi *grafting* dan *crosslink* juga diamati dengan uji SEM yaitu membandingkan mikrograf *starch* dan bentonit dengan mikrograf produk gel komposit St-g-AA/B. Hasil karakterisasi SEM ketiga material tersebut ditunjukkan pada Gambar 4.10 dibawah ini.

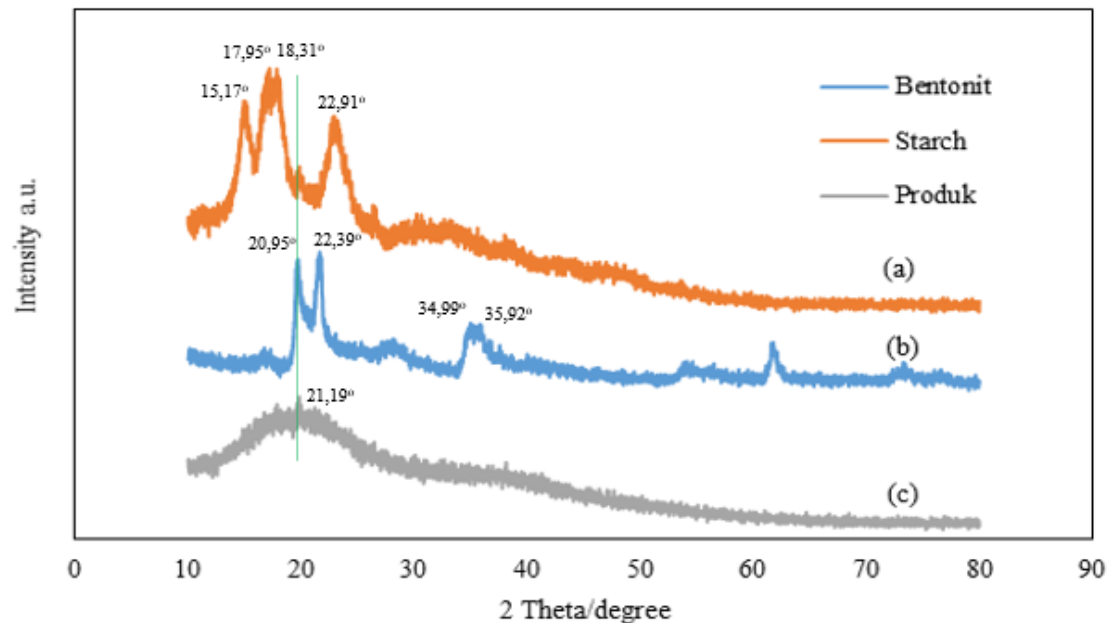


Gambar 4.10 Mikrograf (a) *Starch*; (b) Bentonit; (c) Produk Gel Komposit St-g-AA/B dengan Bentonit 2% wt; dan (d) Produk Gel Komposit St-g-AA/B dengan Bentonit 3% wt

Pada gambar terlihat bahwa morfologi permukaan *starch* dan bentonit terlihat sangat berbeda dengan produk gel komposit St-g-AA/B hasil modifikasi *starch* dan bentonit. Mikrograf *starch* terlihat seperti granula yang menyerupai bentuk

bola dengan ukuran granula yang bervariasi dengan permukaan yang halus (Lanthong P dkk, 2006). Sedangkan kenampakan dari bentonit terlihat seperti pecahan batu-batu kecil yang bentuknya tidak beraturan dan permukaannya lebih kasar. Pada produk gel komposit St-g-AA/B, tidak lagi ditemukan granula, tetapi terlihat permukaan yang agak kasar, rapat dan penuh dengan lipatan. Hal tersebut dikarenakan bahwa saat kopolimerisasi *grafting*, *starch* sudah tergelatinasi sempurna sehingga menyebabkan struktur granula pada *starch* rusak dan *acrylic acid* bereaksi pada *backbone starch*, selanjutnya diikuti oleh reaksi *crosslink* sehingga sudah tidak terlihat lagi struktur granula *starch*. Sedangkan permukaan produk yang agak kasar menandakan bahwa bentonit sudah tersebar merata (homogen) secara fisik pada matriks polimer tiga dimensi dan tersisip dalam matriks gel komposit St-g-AA/B. Selain itu pada Gambar 4.10 (c) dan (d) terlihat tidak adanya aglomerasi bentonit dalam matriks polimer gel, hal ini menunjukkan bahwa bentonit terdispersi dengan baik dalam matriks polimer gel komposit St-g-AA/B. Selain itu karena adanya penyisipan bentonit sebagai *filler* pada matriks polimer gel maka kekasaran dari permukaan polimer gel komposit St-g-AA/B dan adanya lipatan-lipatan pada produk dapat diamati. Lipatan ini merupakan daerah dimana air dapat meresap dan berinteraksi dengan gugus hidrofilik dalam jaringan polimer tiga dimensi. Pada Gambar 4.10 (c) dan (d) dapat diamati bahwa semakin tingginya konsentrasi bentonit maka permukaan gel komposit St-g-AA/B akan semakin kasar dan semakin banyak lipatan. Hal tersebut membuktikan bahwa semakin tingginya konsentrasi bentonit yang digunakan maka bentonit akan semakin banyak yang tersebar dan tersisip dalam matriks polimer gel St-g-AA/B. Dari hasil analisa SEM ini mendukung bahwa bentonit tidak hanya berikatan secara kimia dengan gugus karboksil pada gel komposit (seperti ditunjukkan pada Gambar 4.1 diatas) akan tetapi bentonit juga tersebar merata (homogen) secara fisik pada matriks gel komposit St-g-AA/B.

4.5 Analisa X-ray Diffraction (XRD)



Gambar 4.11 Grafik XRD dari (a) *Starch* ; (b) *Bentonit* ; dan (c) Gel Komposit St-g-AA/B

Analisa XRD dilakukan untuk mengetahui fasa terbentuk pada gel komposit St-g-AA/B pada sudut hamburan (2θ) 10° - 80° . Pola difraksi yang terbentuk pada *starch* bisa dilihat pada kurva 4.11(a). Dari informasi sudut hamburan dapat dilihat bahwa *starch* memiliki beberapa puncak tajam pada sudut $2\theta = 15,17^\circ$; $17,95^\circ$; $18,31^\circ$; dan $22,91^\circ$ yang menandakan *starch* memiliki struktur kristal. Zhu, dkk (2016) melaporkan analisa XRD *starch* terdapat beberapa puncak tajam pada sudut $2\theta = 14,96^\circ$, $17,12^\circ$, dan $23,12^\circ$. Pada Gambar 4.11(a) juga ditemukan puncak tidak tajam (melebar) yang menunjukkan struktur amorf pada *starch*. Hal ini menunjukkan bahwa *starch* memiliki struktur semikristalin. Menurut Zhang Genyi, dkk (2006) *starch* terdiri dari struktur kristal dan amorf. Bagian kristal dibentuk oleh amilopektin heliks ganda. Sementara struktur amorf dibentuk oleh titik percabangan (ikatan 1,6) amilopektin, amilopektin rantai panjang dan amilosa.

Sedangkan pada kurva 4.11(b) menunjukkan pola difraksi yang terbentuk pada bentonit. Dari gambar tersebut dapat dilihat bahwa bentonit memiliki beberapa puncak tajam pada sudut $2\theta = 20,95^\circ$; $22,39^\circ$; $34,99^\circ$; dan $35,92^\circ$ yang menandakan bentonit memiliki struktur kristal. Ma Guofu, dkk (2015) juga melaporkan dalam penelitiannya bahwa bentonit memiliki beberapa puncak tajam

pada sudut $2\theta = 19,6^\circ$; $20,8^\circ$; $27,8^\circ$; dan $34,9^\circ$. Selain itu pada kurva 4.11(b) terlihat bentonit memiliki beberapa puncak yang melebar yang menandakan bahwa bentonit berstruktur amorf. Dari puncak XRD bentonit, membuktikan bahwa bentonit juga memiliki struktur semikristalin.

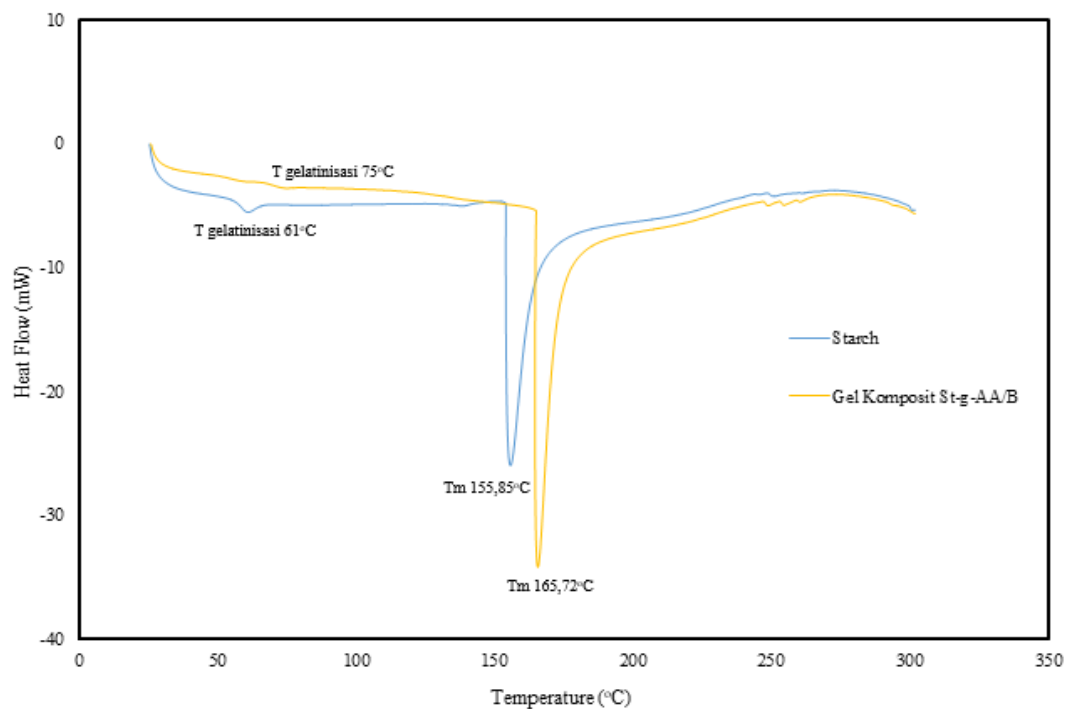
Sementara hasil XRD pada produk (kurva 4.11 c) menunjukkan bahwa produk gel komposit St-g-AA/B memiliki struktur semikristalin dengan *low crystallinity*. Hal tersebut terlihat dari sudut hamburan bahwa pola difraktogram untuk gel komposit St-g-AA/B menunjukkan puncak luas yang lemah dan sedikit tajam pada $2\theta = 21,19^\circ$. Sementara itu didukung dengan tidak lagi muncul puncak yang tajam pada *starch* yang menyatakan adanya amilosa dan amilopektin dalam pola XRD produk gel komposit St-g-AA/B yang berarti bahwa kristalinitas *starch* berkurang dalam produk St-g-AA/B. Hal tersebut terjadi karena pada saat reaksi kopolimerisasi *grafting*, *starch* dalam keadaan sudah tergelatinisasi sempurna. Gelatinisasi menyebabkan struktur granula *starch* rusak sehingga menurunkan kristalinitas *starch* saat terjadi proses *grafting* dan *crosslink* pada produk gel komposit St-g-AA/B.

Pada kurva 4.11 c terlihat bahwa puncak tajam pada bentonit masih sedikit tampak pada pola XRD gel komposit St-g-AA/B. Namun, puncak tersebut terlihat semakin lemah (sedikit tajam dan melebar) yang berarti kristalinitas bentonit menurun pada produk gel komposit St-g-AA/B. Hal tersebut dimungkinkan karena keberadaan lapisan bentonit yang sudah tersisip pada matriks polimer gel dan tersebar secara homogen pada jaringan gel komposit St-g-AA/B.

4.6 Stabilitas Termal Gel Komposit St-g-AA/B dengan Analisa *Differential Scanning Calorimetry* (DSC)

Analisa *Differential Scanning Calorimetry* (DSC) merupakan metode sederhana yang digunakan untuk mempelajari perilaku termal dan sifat termal bahan tanpa gaya mekanis atau penghancuran kimia (Zhao dkk, 2013). Oleh karena itu, DSC digunakan untuk mengetahui stabilitas termal dari gel komposit St-g-AA/B. Pemanasan sampel gel komposit St-g-AA/B dilakukan mulai dari suhu 30°C - 300°C dengan laju pemanasan $20^\circ\text{C}/\text{menit}$. Gambar 4.12 menunjukkan kurva DSC heat flow (mW) sebagai fungsi suhu untuk gel komposit St-g-AA/B.

Dari hasil analisa XRD diketahui bahwa gel komposit St-g-AA/B memiliki struktur semikristalin dengan *low-crystallinity*. Pada polimer semikristalin yang berperan penting adalah suhu leleh (T_m). Suhu leleh (T_m) merupakan suhu pada saat polimer padat berubah fase menjadi cair. Ketika sebuah polimer mulai meleleh, ikatan antar molekulnya menyerap energi dan mulai melonggar sehingga molekulnya menjadi tidak teratur. Karena proses pencairan melibatkan penyerapan energi, ini adalah proses endotermis dan muncul pada kurva DSC sebagai penurunan aliran panas sementara. Setelah material benar – benar meleleh, aliran panas kembali ke nilai awal aslinya. Grafik hasil analisa DSC dari gel komposit St-g-AA/B dapat dilihat pada Gambar 4.12 berikut :



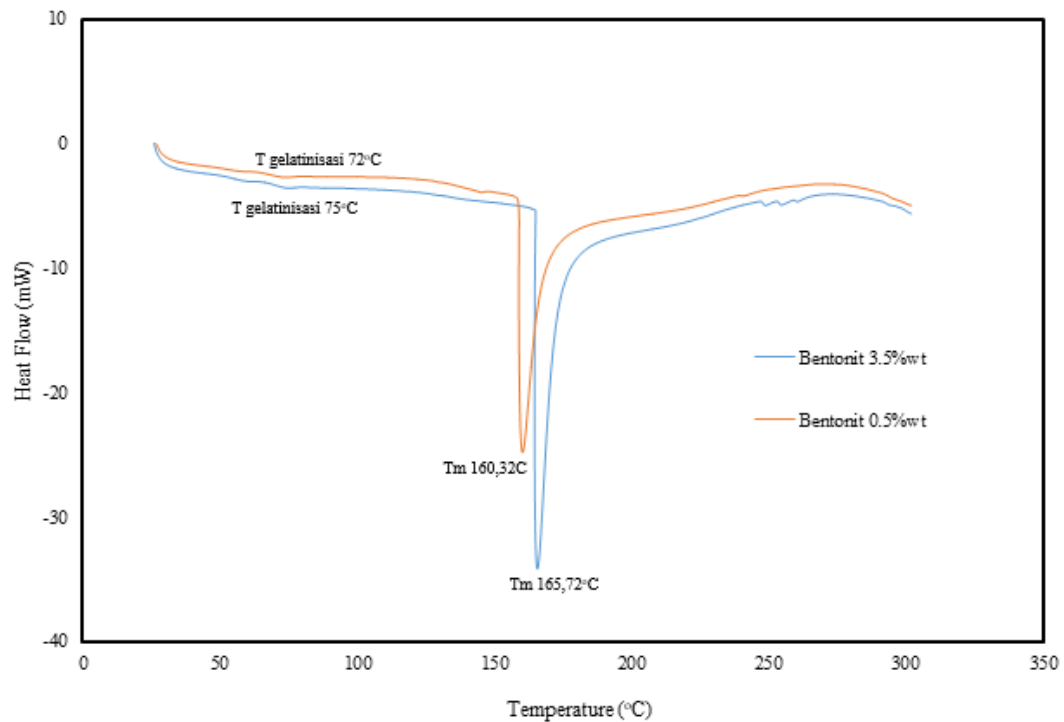
Gambar 4.12. Grafik Analisa DSC *Starch* dan Gel Komposit St-g-AA/B

Pada Gambar 4.12 diatas dapat dilihat bahwa ada perbedaan puncak endotermis antara bahan baku *starch* dan produk gel komposit St-g-AA/B. Gambar 4.12 memperlihatkan adanya puncak endotermis pertama yaitu suhu gelatinisasi *starch* pada suhu 61°C, sedangkan pada produk gel komposit St-g-AA/B suhu gelatinisasi pada suhu 75°C. Sedangkan pada penelitian Erizal, dkk (2014) didapatkan suhu gelatinasi *starch* yang hampir sama yaitu sebesar 65,06 °C. Adanya puncak endotermis kedua pada kurva DSC *starch* merupakan suhu leleh (T_m) pada suhu 155,85°C dan juga diamati pada produk gel komposit

terdapat puncak endotermis kedua yang merupakan suhu leleh (T_m) yaitu pada suhu 165,72°C. Selain itu luas puncak yang dihasilkan termogram DSC pada produk gel komposit St-g-AA/B lebih luas dibandingkan dengan kurva pemanasan dari *starch*, artinya adanya *acrylic acid* yang tergrafting pada *backbone starch* dan juga adanya *crosslinker* dapat meningkatkan derajat kristlinitas sehingga respon terhadap suhu gelatinisasi dan suhu leleh (T_m) bergeser kesuhu yang lebih tinggi. Dari hasil analisa XRD sebelumnya, terlihat bahwa kristlinitas *starch* berkurang dengan adanya reaksi *grafting*. Harusnya penurunan kristalinitas disertai dengan penurunan suhu leleh (T_m). Akan tetapi hasil analisa DSC pada penelitian ini, diperoleh bahwa kristalinitas *starch* menurun namun suhu leleh (T_m) meningkat. Hal ini dimungkinkan terjadi karena adanya gugus hidrofilik (COOH) dari yang *acrylic acid* dapat berinteraksi dengan rantai molekul pada *starch* melalui ikatan hidrogen sehingga dapat menstabilkan bagian kristalin dan amorf dari *starch* dan menghasilkan interaksi antar molekul secara efektif. Jembatan rantai antar dua molekul tersebut akan memperkuat fleksibilitas rantai sehingga dibutuhkan energi panas yang lebih besar untuk melemahkan derajat kristalinitasnya (dibutuhkan energi yang besar untuk melelehkan gel komposit St-g-AA/B).

Selain itu meningkatnya suhu gelatinisasi dan suhu leleh (T_m) dari *starch* terjadi karena pada gel komposit St-g-AA/B terjadi reaksi *crosslink* dengan menggunakan bahan jaringan MBA. Adanya *crosslink* akan menghasilkan titik jaringan (taut silang) pada polimer tiga dimensi dengan ikatan kovalen pada gel komposit St-g-AA/B. Dengan adanya ikatan kovalen diberbagai titik tersebut, maka fleksibilitas rantai gel komposit menurun. Selain itu ikatan kovalen merupakan ikatan kimia yang sangat kuat sehingga menghasilkan gaya antar molekul yang jauh lebih kuat pada jaringan gel komposit sehingga energi panas yang dibutuhkan untuk melelehkan gel komposit semakin besar. Oleh sebab itu, dihasilkan suhu gelatinisasi dan suhu leleh (T_m) gel komposit St-g-AA/B yang lebih tinggi dari pada *starch*. Hal tersebut membuktikan bahwa kopolimerisasi *grafting* dan *crosslink* berhasil dilakukan dengan memberikan perubahan sifat termal dari *starch*. Pada penelitian ini juga akan dibahas pengaruh penggunaan

bentonit terhadap stabilitas termal gel komposit St-g-AA/B yang ditunjukkan pada Gambar 4.13 berikut :

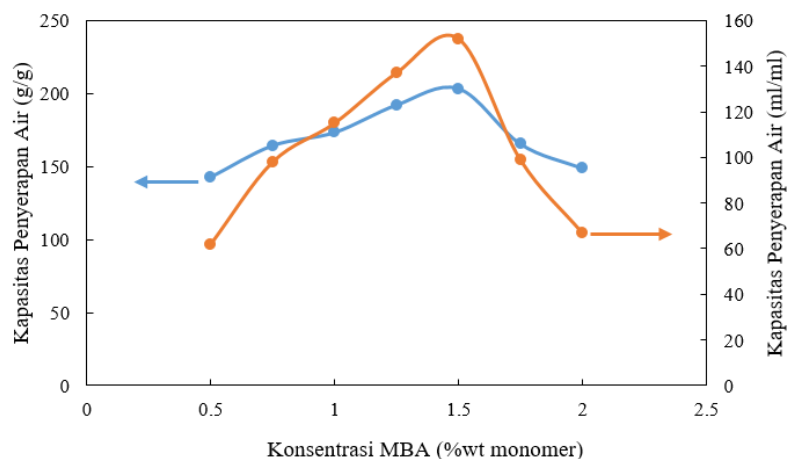


Gambar 4.13 Grafik Analisa DSC Gel Komposit St-g-AA/B dengan Variasi Konsentrasi Bentonit

Gel komposit St-g-AA/B memiliki struktur semikristalin sehingga suhu leleh (T_m) sangat penting untuk melihat stabilitas termalnya. Pada Gambar 4.13 terlihat bahwa semakin banyaknya konsentrasi bentonit, maka suhu gelatinisasi dan suhu leleh (T_m) semakin meningkat. Pada konsentrasi bentonit 0.5% wt monomer *acrylic acid* menghasilkan suhu gelatinisasi sebesar 72°C, T_m sebesar 160,32°C dan pada konsentrasi bentonit 3,5%wt monomer *acrylic acid* menghasilkan suhu gelatinisasi sebesar 75°C, T_m sebesar 165,72°C. Hal tersebut terjadi karena kemampuan bentonit dalam jaringan gel komposit yang bertindak sebagai titik jaringan tambahan dengan cara permukaan bentonit berinteraksi membentuk ikatan hidrogen dengan gugus COO^- yang dimiliki oleh *acrylic acid* pada gel komposit, dengan begitu maka akan menambah ikatan kimia (titik jaringan tambahan tiga dimensi) dalam jaringan gel komposit. Semakin banyaknya titik jaringan tambahan maka dapat menurunkan fleksibilitas rantai gel komposit dan juga mengganggu mobilitas internal rantai. Oleh sebab itu semakin banyaknya bentonit, maka semakin besar energi panas yang dibutuhkan untuk

mengubah fase gel komposit dari padat menjadi cair sehingga suhu leleh (T_m) akan semakin tinggi. Hal tersebut membuktikan bahwa bentonit dapat meningkatkan stabilitas termal gel komposit St-g-AA/B. Pada penelitian ini dihasilkan stabilitas termal gel komposit terbesar yaitu dengan konsentrasi bentonit 3,5%wt monomer *acrylic acid* pada suhu 165,72°C. Hasilnya tidak jauh berbeda dengan penelitian yang dilakukan oleh Singh dan Mahto (2016) yang mensintesa gel komposit dengan menggunakan bahan jaringan chromium triasetat dan menghasilkan gel komposit dengan stabilitas termal 178°C. Selain itu Abidin, dkk (2014) juga melakukan sintesa polimer gel komposit dan menghasilkan stabilitas termal gel komposit sebesar 154,6°C. Dengan mengetahui stabilitas termalnya maka gel komposit St-g-AA/B pada penelitian ini dapat diterapkan pada suhu reservoir dibawah 165,72°C.

4.7 Pengaruh Konsentrasi Bahan Jaringan (MBA) terhadap Kapasitas Penyerapan Air



Gambar 4.14 Pengaruh Konsentrasi Bahan Jaringan (MBA) terhadap Kapasitas Penyerapan Air

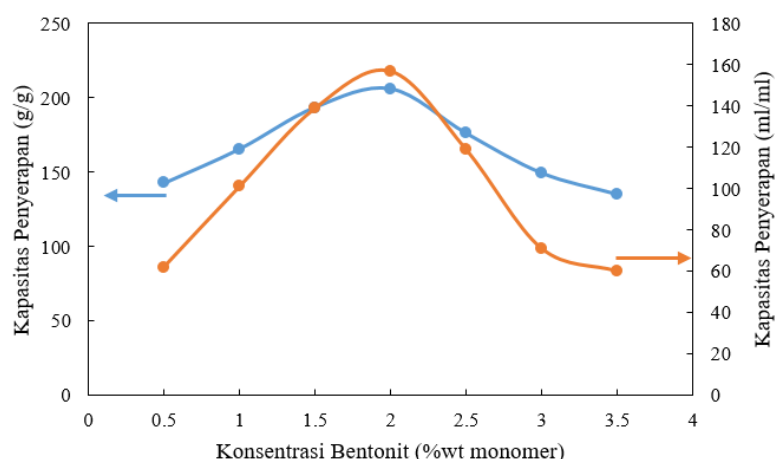
Pengaruh konsentrasi bahan jaringan (*crosslinker*) terhadap kapasitas penyerapan air gel komposit St-g-AA/B dipelajari dengan memvariasikan konsentrasi bahan jaringan N,N'-methylenebisacrylamide (MBA) dari 0,5% sampai 2%wt monomer *acrylic acid*. Dapat dilihat pada Gambar 4.14 kapasitas penyerapan air meningkat dengan meningkatnya konsentrasi bahan jaringan (N,N'-methylenebisacrylamide) dari 0,5% - 1,5% wt *acrylic acid*. Selanjutnya

kapasitas penyerapan air mengalami penurunan saat konsentrasi *crosslinker* dinaikkan dari 1,5% - 2%wt *acrylic acid*. Kapasitas penyerapan air maksimum yaitu 203,3473 g/g dan 152 ml/ml saat konsentrasi bahan jaringan 1,5%wt monomer *acrylic acid*. Kulkarni, dkk (2014) juga melakukan pengukuran terhadap kapasitas penyerapan air polimer gel komposit dengan variasi konsentrasi MBA. Semakin tinggi konsentrasi MBA maka kapasitas penyerapan air mengalami penurunan dan didapatkan kapasitas penyerapan air terbesar yaitu 710,32 g/g saat penggunaan AA:starch 3:1, KPS 1,25%wt, bentonit 0,5%, dan derajat netralisasi 40% NaOH. Sedangkan pada penelitian yang dilakukan Li, dkk (2006) menghasilkan kapasitas penyerapan air maksimum dengan variasi MBA yaitu 1077 g/g saat penggunaan AA:starch 5:1, APS 0,3%wt, attapulgate 10%wt dan derajat netralisasi 40% NaOH. Hasil kapasitas penyerapan pada penelitian ini cukup rendah dibandingkan penelitian sebelumnya. Hal ini dikarenakan proses polimerisasi dan komposisi pada bahan – bahan yang digunakan serta jenis *filler* yang digunakan berbeda. MBA merupakan bahan jaringan sebagai agen pengikat silang yang membantu mengikat dua atau lebih makromolekul melalui ikatan kovalen untuk membentuk jaringan. Jaringan ini mencegah hancurnya struktur gel dan mampu menjebak sejumlah besar air di dalam jaringannya. Semakin besarnya konsentrasi bahan jaringan maka penyerapan kapasitas air semakin meningkat, namun ketika konsentrasi bahan jaringan diperbesar melebihi nilai optimumnya akan mengakibatkan penurunan kapasitas penyerapannya. Hal ini dimungkinkan karena gel komposit yang terbentuk memiliki struktur jaringan yang lebih rapat sehingga kemampuannya untuk menampung air tidak terlalu besar. Selain itu dengan semakin banyaknya bahan jaringan menyebabkan lebih banyak ikatan silang yang menyebabkan jaringan ikat semakin bertambah sehingga ruang kosong di dalam jaringan gel komposit menjadi semakin kecil yang menyebabkan kapasitas penyerapan terhadap air berkurang (Kulkarni dkk, 2014).

Saat konsentrasi bahan jaringan rendah maka kapasitas penyerapan air akan rendah. Hal ini dikarenakan rendahnya kerapatan agen pengikat silang sehingga tidak mampu untuk mempertahankan air yang diserap, sehingga membuat sejumlah air lolos dari jaringan gel komposit ketika proses perendaman. Ketika jumlah N,N'-methylenebisacrylamide (MBA) meningkat secara perlahan,

kemampuan penyerapan air oleh polimer juga meningkat. Pada rasio 1,5% wt *acrylic acid*, kapasitas penyerapan air mencapai nilai maksimum. Namun terjadi penurunan yang jauh ketika jumlah bahan jaringan (MBA) meningkat. Dengan demikian terbukti bahwa kenaikan konsentrasi bahan jaringan akan memberikan kenaikan kapasitas penyerapan air, tetapi jika konsentrasinya yang terus meningkat maka akan memberikan kecenderungan penurunan kembali kapasitas penyerapan air. Fenomena ini terjadi akibat dari bertambahnya titik-titik ikatan silang selama polimerisasi yang menyebabkan pembentukan jaringan juga bertambah dan hal ini yang membuat ruangan untuk tempat air yang masuk menjadi berkurang. Gel komposit selain memiliki struktur jaringan tiga dimensi antara *acrylic acid* dengan *starch*, gugus-gugus hidrofilik yang dimiliki monomer dan *starch* juga ikut berperan dalam proses penyerapan air. Semakin banyak gugus hidrofilik yang ada pada polimer dan kerapatan ruang yang tidak terlalu tinggi maka semakin banyak air yang mampu diserap oleh polimer sehingga menyebabkan meningkatnya daya serap air dalam rasio berat dan volume.

4.8 Pengaruh Konsentrasi Bentonit terhadap Kapasitas Penyerapan Air

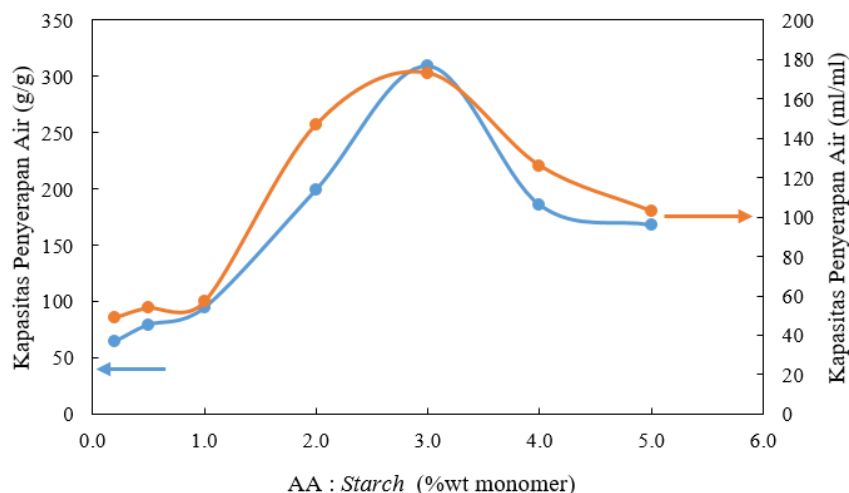


Gambar 4.15 Pengaruh Konsentrasi Bentonit terhadap Kapasitas Penyerapan Air

Berdasarkan hasil pada Gambar 4.15 terlihat kapasitas penyerapan air gel komposit St-g-AA/B dipengaruhi oleh konsentrasi bentonit. Kapasitas penyerapan air mengalami kenaikan dengan naiknya konsentrasi bentonit dari 0,5% - 2% wt monomer *acrylic acid*. Kapasitas penyerapan air maksimum yaitu 205,94 g/g dan 157 ml/ml saat konsentrasi bentonit 2% wt monomer *acrylic acid*. Sedangkan saat konsentrasi bentonit mengalami kenaikan lebih lanjut dari 2% - 3,5% wt *acrylic*

acid, kapasitas penyerapan air mengalami penurunan. Kulkarni, dkk (2014) juga melakukan pengukuran terhadap kapasitas penyerapan air polimer gel komposit dengan variasi konsentrasi bentonit dan diperoleh kapasitas penyerapan air maksimal yaitu 720 g/g saat penggunaan *acrylic acid* : starch 3:1, KPS 1,25%wt, MBA 1,25%, dan derajat netralisasi 40% NaOH. Selain itu pada penelitian yang telah dilakukan Li, dkk (2005) dengan variasi attapulgitte menghasilkan kapasitas penyerapan air maksimum yaitu 1317 g/g saat penggunaan *acrylamide:starch* 3:1, APS 1,5%wt, MBA 0,03%wt dan derajat netralisasi 40% NaOH. Hasil kapasitas penyerapan air pada penelitian ini cukup rendah dibandingkan penelitian-penelitian sebelumnya, dikarenakan proses polimerisasi dan juga komposisi bahan – bahan serta jenis monomer dan *filler* yang digunakan. Kemampuan partikel bentonit dalam jaringan gel komposit bertindak sebagai titik jaringan tambahan (gugus karboksilat pada *polyacrylic acid* bereaksi dengan gugus –OH pada permukaan bentonit) sehingga bentonit juga dapat menambah jaringan hidrofilik dalam jaringan polimer (Hosseinzadeh dkk, 2011). Namun, saat konsentrasi bentonit rendah hanya terdapat sedikit titik jaringan dan menyebabkan kemampuan gel komposit untuk menyerap dan mempertahankan air menjadi rendah. Ketika konsentrasi bentonit ditambahkan melebihi jumlah optimumnya, kapasitas penyerapan air menjadi menurun. Hal tersebut dikarenakan semakin banyaknya partikel bentonit didalam jaringan polimer maka menyebabkan produk menjadi semakin kuat, namun semakin rapat titik jaringan gel komposit dan semakin sedikit ruang kosong untuk air terserap.

4.9 Pengaruh Rasio *Acrylic Acid* dan *Starch* terhadap Kapasitas Penyerapan Air



Gambar 4.16 Pengaruh Rasio *Acrylic Acid* : *Starch* terhadap Kapasitas Penyerapan Air

Gambar 4.16 menunjukkan efek monomer *acrylic acid* : *starch* terhadap kapasitas penyerapan air gel komposit St-g-AA/B. Kapasitas penyerapan air meningkat dengan meningkatnya jumlah rasio *acrylic acid* : *starch*. Kapasitas penyerapan maksimum ketika rasio *acrylic acid* : *starch* yaitu 3:1 (309,1 g/g dan 173 ml/ml). Li, dkk (2005) juga melakukan pengukuran terhadap kapasitas penyerapan air polimer gel komposit dengan variasi rasio *acrylic acid* : *starch* dan didapatkan kapasitas penyerapan air maksimal yaitu 1077 g/g saat penggunaan AA:starch 5:1, KPS 0,3%wt, MBA 0,08%, attapulgit 10%wt dan derajat netralisasi 40% NaOH. Jumlah monomer yang tinggi menyebabkan lebih banyak peluang *acrylic acid* untuk dicangkokkan ke tulang punggung *starch* sehingga lebih banyak gugus hidrofilik seperti -COO^- dan -COOH dalam jaringan polimer dan akibatnya gugus hidrofilik tersebut dapat meningkatkan kapasitas penyerapan air gel komposit St-g-AA/B. Namun, peningkatan rasio *acrylic acid* : *starch* lebih lanjut melebihi jumlah optimumnya (3:1) menghasilkan penurunan kapasitas penyerapan gel komposit St-g-AA/B. Hal tersebut dikarenakan jumlah monomer *acrylic acid* yang lebih banyak dalam jaringan polimer menyebabkan kelebihan pembentukan grafting *acrylic acid* pada *backbone starch*. Ini akan menyebabkan jaringan polimer akan semakin banyak dan rapat sehingga membatasi kemampuan gel komposit untuk menyerap air karena ruang yang terbatas dalam jaringan.

Selain itu, semakin banyaknya konsentrasi *acrylic acid* menyebabkan semakin tingginya homopolimerisasi yang terjadi pada reaksi *grafting*. Homopolimer yang semakin banyak akan menghambat pergerakan radikal untuk menyerang situs aktif pada backbone *starch* (Ashri Airul dkk, 2017). Dengan banyaknya homopolimer menyebabkan rantai polimer pada jaringan gel komposit akan semakin pendek sehingga gugus hidroksil (-OH) untuk dapat menyerap air juga semakin sedikit sehingga kapasitas penyerapan air akan menurun. Begitu pula dengan jumlah monomer *acrylic acid* yang rendah.

Hasil diatas didapatkan ketika penambahan konsentrasi *acrylic acid* dan derajat netralisasi tetap dilakukan dalam 40% NaOH. Namun, ketika memaksimalkan penambahan *acrylic acid* saja pada *acrylic acid* yang sudah ternetralisasi 40% NaOH maka secara langsung diikuti dengan penurunan derajat netralisasi. Dengan menurunnya derajat netralisasi maka gugus COO^- pada jaringan polimer gel akan berkurang dan menyebabkan jarak antar jaringan polimer gel menjadi kurang melebar sehingga air yang terserap menjadi semakin sedikit. Selain itu berkurangnya ion – ion Na^+ pada jaringan polimer menyebabkan semakin menurunnya tekanan osmotik antara fase gel dengan fase larutan sehingga mengakibatkan air yang masuk ke dalam jaringan gel menjadi berkurang. Jadi, jika dilakukan penambahan *acrylic acid* yang masimal pada *acrylic acid* yang sudah ternetralisasi 40% NaOH maka dapat dimungkinkan terjadinya penurunan kapasitas penyerapan gel komposit St-g-AA/B. Oleh sebab itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mendapatkan kapasitas penyerapan air yang maksimal dengan variasi derajat netralisasi.

4.10 Pengaruh Konsentrasi Gel terhadap Waktu Gelasi dan Kekuatan Mekanik Gel Komposit St-g-AA/B

Waktu gelasi merupakan waktu yang dibutuhkan gel komposit St-g-AA/B membentuk gel yang mengalir agar mudah diinjeksikan kedalam sumur minyak untuk aplikasi EOR. Metode yang digunakan untuk mengetahui waktu gelasi gel komposit St-g-AA/B yaitu dengan menggunakan metode tes botol. Metode ini merupakan metode kualitatif yang dianggap sebagai metode cepat dan murah untuk mempelajari waktu gelasi. Metode test botol dilakukan dengan cara

mengamati secara visual dalam interval waktu saat larutan gel berubah menjadi gel yang mengalir (*flowing gel*). Metode test botol dilakukan dengan memberikan kode dari sifat larutan gel hingga menjadi gel (kode gel dapat dilihat pada lampiran) selama waktu tertentu. Pada penelitian ini dilakukan pengamatan waktu gelasi gel komposit selama 60 menit pada interval waktu 5 menit. Salah satu faktor yang mempengaruhi waktu gelasi yaitu konsentrasi larutan gel (konsentrasi gel dalam air). Pengaruh konsentrasi larutan gel terhadap waktu gelasi dapat dilihat pada Tabel 4.1 berikut :

Tabel 4.1 Pengaruh Konsentrasi Gel Komposit St-g-AA/B terhadap Waktu Gelasi

Konsentrasi Larutan Gel (%)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Waktu (menit)	Kode Gel				
5	B	B	B	D	D
10	B	B	C	D	E
15	B	B	C	D	F
20	B	B	C	D	F
25	B	C	C	D	F
30	B	C	C	D	F
35	B	C	C	D	F
40	B	C	C	D	H
45	B	C	D	D	H
50	B	C	D	E	H
55	B	C	D	E	H
60	B	C	D	E	H

Keterangan :

A : gel masih belum terbentuk

B : gel sangat mengalir

C : gel mengalir

D : gel cukup mengalir

E : gel sedikit mengalir

F : gel sangat mudah berubah

G : gel tidak mengalir dan cukup berubah

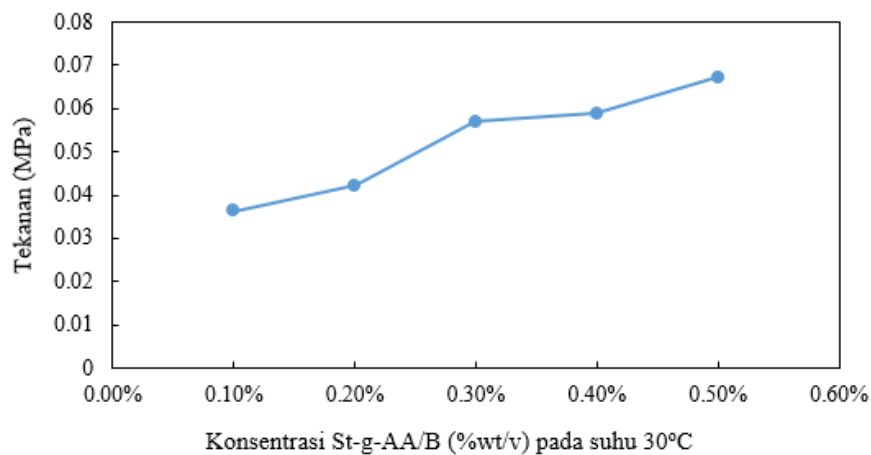
H : gel tidak mengalir dan sedikit berubah

I : gel kaku

Dari Tabel 4.1 terlihat bahwa konsentrasi gel komposit dalam larutan mempengaruhi waktu gelasi. Semakin tinggi konsentrasi gel komposit St-g-AA/B maka waktu pembentukan gel akan semakin cepat. Larutan gel dengan konsentrasi rendah akan menghasilkan gel yang sangat mudah mengalir tipe B (*highly flowing gel*) dibandingkan dengan larutan gel dengan konsentrasi yang lebih tinggi akan menghasilkan gel dengan tipe D (*moderately flowing gel*) dan dengan konsentrasi yang lebih tinggi lagi akan menghasilkan gel dengan tipe H (*slightly deformable non-flowing gel*). Penelitian tentang waktu gelasi juga

dilakukan oleh Ghazinezhad, dkk (2014) dengan menggunakan larutan polimer HPAM yang dicrosslink dengan konsentrasi 1% w/v pada waktu satu jam menghasilkan gel dengan tipe C (*flowing gel*). Konsentrasi gel selain mempengaruhi waktu gelasi juga mempengaruhi kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B.

Metode yang digunakan untuk mengetahui kekuatan mekanik dari gel komposit St-g-AA/B yaitu metode “*breakthrough vacuum*” (Xin dan Zhao, 2017). Metode tersebut merupakan metode paling sederhana yang digunakan untuk mengukur kekuatan gel. Pengaruh konsentrasi gel terhadap kekuatan mekanik gel dapat dilihat pada Gambar 4.17 berikut :



Gambar 4.17 Pengaruh Konsentrasi Gel terhadap Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B

Pada Gambar 4.17 terlihat bahwa semakin tinggi konsentrasi gel komposit St-g-AA/B dalam larutan gel maka kekuatan gel akan semakin meningkat. Kekuatan gel mengalami kenaikan dari 0,0364 MPa sampai 0,0672 MPa dengan konsentrasi gel komposit 0,1% hingga 0,5 %. Pada hasil penelitian Singh dan Mahto (2016) dihasilkan kekuatan gel komposit tertinggi 0,055 MPa dengan konsentrasi polimer 0,5% dan *crosslinker* 0,4%. Konsentrasi gel komposit St-g-AA/B dalam air yang tinggi akan menghasilkan kekuatan gel yang besar.

Dari Tabel 4.1 dan Gambar 4.17 terlihat bahwa semakin tingginya konsentrasi gel maka waktu gelasi akan semakin cepat dan kekuatan gel akan semakin besar. Hal tersebut dikarenakan, semakin tinggi konsentrasi gel komposit St-g-AA/B, maka semakin banyak gugus hidrofilik (gugus karboksil) pada larutan gel komposit St-g-AA/B. Banyaknya gugus hidrofilik menyebabkan semakin banyak air yang dapat diserap oleh gel komposit St-g-AA/B (semakin banyaknya

air yang berikatan dengan gugus karboksil pada gel komposit) sehingga gel lebih cepat terbentuk. Tipe C (*flowing gel*) merupakan sifat gel yang paling optimum karena larutan gel secara visual sudah terbentuk dan gel bersifat mengalir. Sifat dari gel tersebut cocok digunakan pada aplikasi EOR. Gel yang mengalir mudah diinjeksikan kedalam sumur minyak dan diharapkan dapat mendesak minyak untuk keluar ke permukaan bumi dengan maksimal (Singh dan Mahto, 2016).

Selain itu semakin tingginya konsentrasi gel maka semakin banyak pula kandungan *crosslinker* (bahan jaringan) dan akan menghasilkan kepadatan tautan silang yang lebih banyak (titik jaringan tiga dimensi). Semakin banyaknya taut silang maka akan menyebabkan semakin banyaknya ikatan kovalen antara acrylic acid dan MBA yang membuat semakin kuatnya gel komposit dalam mempertahankan air yang diserap. Selain itu banyaknya taut silang menyebabkan gerakan intramolekul dalam jaringan gel semakin susah dan menghasilkan struktur jaringan polimer gel komposit St-g-AA/B yang padat dan kuat. Sifat gel komposit St-g-AA/B tersebut menghasilkan kekuatan mekanik gel yang besar.

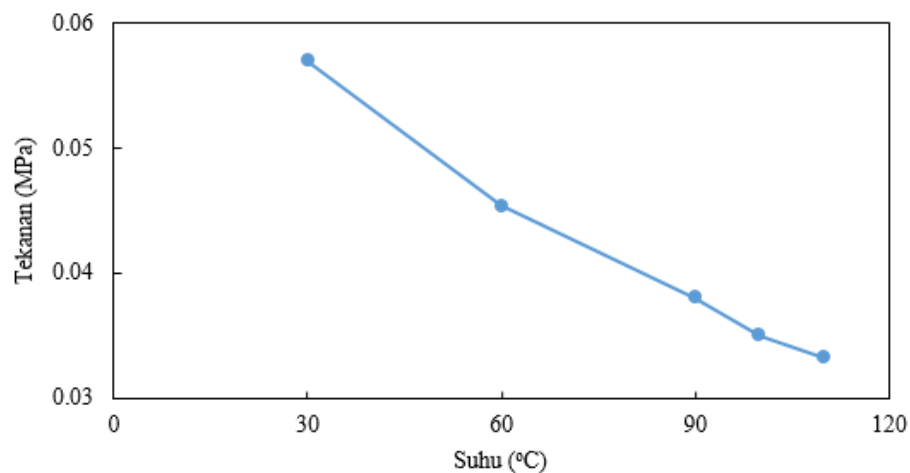
4.11 Pengaruh Suhu Gel terhadap Waktu Gelasi dan Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B

Selain konsentrasi gel, suhu gel juga dapat mempengaruhi waktu gelasi dan kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B. Pengaruh suhu terhadap waktu gelasi dapat dilihat pada Tabel 4.2 berikut :

Tabel 4.2 Pengaruh Suhu Gel St-g-AA/B terhadap Waktu Gelasi

Suhu Gel (°C)	30	60
Waktu (menit)	Kode Gel	
5	D	C
10	E	D
15	F	D
20	F	D
25	F	D
30	F	E
35	F	F
40	H	F
45	H	F
50	H	G
55	H	G
60	H	G

Uji waktu gelasi dilakukan dengan konsentrasi gel St-g-AA/B 0,5% pada suhu 30°C dan 60°C. Pada Tabel 4.2 dapat dilihat bahwa pada suhu 30°C gel lebih cepat terbentuk dari pada suhu 60°C. Sedangkan pengaruh suhu terhadap kekuatan mekanik dapat dilihat pada Gambar 4.18 berikut :



Gambar 4.18 Pengaruh Suhu Gel terhadap Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B

Uji kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B dilakukan dengan konsentrasi gel 0,3% pada rentang suhu 30°C-110°C. Pada Gambar 4.18 dapat dilihat bahwa semakin tinggi suhu gel komposit St-g-AA/B, kekuatan mekaniknya semakin menurun. Kekuatan mekanik terbesar yaitu 0,057 MPa pada suhu 30°C, sedangkan kekuatan terkecil yaitu 0,033 MPa pada suhu 110°C.

Okano, dkk (1991) melaporkan adanya dua jenis ikatan yang terdapat pada gel, yaitu ikatan intra molekuler (molekul polimer dengan molekul polimer) dapat berupa ikatan hidrofobik dan ikatan hidrogen antar molekuler (ikatan antar gugus karboksil pada gel dengan pelarut/air). Ikatan hidrogen merupakan ikatan yang sangat lemah. Naiknya suhu gel maka akan terjadi lemahnya ikatan hidrogen sampai juga terjadi pemutusan ikatan hidrogen antara gel dengan air dan ikatan intra molekuler dalam jaringan gel lebih kuat disertai dengan semakin padatnya jaringan gel komposit St-g-AA/B (Zhu dkk, 2016). Hal tersebut menyebabkan daya hidrasi gel komposit akan semakin melemah sehingga air mudah lepas dan semakin sedikit air yang dapat berikatan dengan gugus karboksil pada jaringan gel komposit (semakin sedikit air yang terserap).

Dengan semakin sedikitnya air yang terserap, maka semakin sedikit pula air yang terjebak dalam jaringan gel komposit. Oleh karena itu waktu gelasi gel komposit St-g-AA/B menjadi lebih lama dan menghasilkan gel yang bersifat kurang kuat sehingga kekuatan mekanik gel semakin kecil.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

1. Gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit untuk aplikasi EOR berhasil disintesis dengan modifikasi metode Ren, dkk (2012) dan Kulkarni, dkk (2014) dengan dibuktikan pada analisa *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) *spectroscopy*, XRD (X-ray Diffraction) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM).
2. Komposisi dari Na-bentonit, bahan jaringan (MBA), serta rasio *starch : acrylic acid* mempengaruhi kapasitas penyerapan air produk gel komposit *starch-graft-acrylic acid*/bentonit. Pada variabel komposisi Na-bentonit didapatkan kapasitas penyerapan air terbesar saat komposisi Na-bentonit 2%wt *acrylic acid* yaitu 205,94 g/g dan 157 ml/ml. Pada variabel konsentrasi MBA didapatkan kapasitas penyerapan air terbesar saat konsentrasi MBA 1,5%wt *acrylic acid* yaitu 203,3473 g/g dan 152 ml/ml. Sedangkan pada variabel rasio *starch : acrylic acid* diperoleh kapasitas penyerapan air terbesar saat rasio *starch : acrylic acid* sebesar 1:3 yaitu 309,1 g/g dan 173 ml/ml.
3. Kondisi optimum yang dihasilkan pada penelitian ini dilihat dari penyerapan kapasitas air terbesar (309,1 gr/gr dan 173 ml/ml) yaitu :
 $Starch : acrylic acid = 1 : 3$
 $KPS = 1,25\%wt\ acrylic\ acid$
 $MBA = 1,5\% wt\ acrylic\ acid$
 $Bentonit = 2\%wt\ acrylic\ acid$
4. Waktu gelasi dan kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B dipengaruhi oleh konsentrasi gel dalam larutan (air) dan suhu gel. Semakin tinggi konsentrasi gel yang digunakan maka waktu gelasi

semakin cepat dan kekuatan mekanik dari gel semakin besar, begitu juga sebaliknya. Gel yang paling optimum digunakan untuk aplikasi EOR yaitu gel dengan kode C (*flowing gel*). Sedangkan kekuatan mekanik gel terbesar pada penelitian ini yaitu 0,0672 MPa pada konsentrasi gel komposit St-g-AA/B 0,5% w/v.

5. Dari hasil analisa DSC, gel komposit St-g-AA/B berhasil disintesis dan stabilitas termalnya dapat diketahui. Dengan menaikkan konsentrasi bentonit maka stabilitas termal semakin meningkat. Gel komposit St-g-AA/B dengan konsentrasi bentonit 3,5%wt *acrylic acid* dapat digunakan pada suhu reservoir dibawah 165,7°C.
6. Dari hasil analisa kapasitas penyerapan air, stabilitas termal, dan kekuatan mekaniknya gel komposit St-g-AA/B sudah memenuhi spesifikasi dari polimer gel yang cocok digunakan untuk aplikasi EOR, namun masih perlu peningkatan sifat – sifatnya supaya dapat lebih maksimal saat digunakan.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut dengan menggunakan variabel tetap rasio *starch* : *acrylic acid* sebesar 1:3 dengan variabel berubah yaitu konsentrasi bentonit agar diperoleh stabilitas termal dan kekuatan mekanik yang lebih baik.
2. Perlu dilakukan modifikasi impeller pengaduk reaktor polimerisasi dengan bentuk helix agar pada saat reaksi polimerisasi pencampuran semua bahan lebih homogen. Karena jika pencampuran lebih homogen maka taut silang dan bentonit lebih terdistribusi merata pada jaringan tiga dimensi gel komposit sehingga dihasilkan kapasitas penyerapan air yang maksimum.
3. Perlu dilakukan uji *flooding* terhadap produk gel komposit St-g-AA/B untuk mengetahui kemampuan gel komposit St-g-AA/B pada aplikasi EOR
4. Perlu dilakukan uji waktu gelasi dan kekuatan mekanik gel komposit St-g-AA/B pada berbagai salinitas.

5. Perlu dilakukan uji kapasitas penyerapan air pada suhu diatas gelatinisasi.
6. Perlu dilakukan uji selektivitas air dan minyak mentah terhadap produk.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Aalaie, Jamal., Ebrahim Vasheghani-Farahani., Ali Rahmatpour., dan Mohammad Ali Semsarzadeh. 2008. "*Effect of Montmorillonite on Gelation and Swelling Behavior of Sulfonated Polyacrylamide Nanocomposite Hydrogels in Electrolyte Solutions*". Tarbiat Modares University. European Polymer Journal. 44.
- Abidin, A.Z., Puspasari, T. dan Nugraha, W.A. 2012. "*Polymers for Enhanced Oil Recovery Technology*". Chemical Engineering Department, Faculty of Industrial Technology, Institut Teknologi Bandung. Procedia Chemistry. 4:11 – 16.
- Adair, Ajaman., Azizon Kaesaman., dan Pairote Klinpituksa. 2017. "*Superabsorbent materials derived from hydroxyethyl cellulose and bentonite: Preparation, characterization and swelling capacities*". Prince of Songkla University. Polymer Testing.
- Alexandre. dan Dubois. 2000. "*Polymer-layered Silicate Nanocomposites: Preparation, Properties and Uses of a New Class of Materials*". University of Mons-Hainaut. Materials Science and Engineering. 28.1-63.
- Ashri. Airul., Nurul Amalina., Akhsan Kamil., dan Shazrul Fazry., M. Fareed Sairi. 2017. "*Modified Dioscorea hispida starch-based-hydrogels and their in-vitro cytotoxicity study on small intestine cell line (FHS-74 Int)*". University of Gujrat. International Journal of Biological Macromolecules.
- Bai, Baojun., Liangxiong Li., He Liu., Zhongguo., dan Chunmei You. 2007. "*Preformed Particle Gel for Conformance Control : Factors Affecting Its Properties and Applications*". Mexico Institute of Mining and Technology. SPE Reservoir Evaluation & Engineering.
- Bhattacharya. S. S., dkk. 2011. "*Synthesis and Characterization of Poly(acrylic acid)/modified Bentonite Superabsorbent Polymer*". International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials. 60(13):1015-1025.
- Clem. dan Doehler. 1961. "*Industrial of Bentonite*". American Colloid Company.
- Cui, S. W. 2005. "*Food Carbohydrate Chemistry, Physical Properties and Applications*". CRC Press, Boca Raton, London, New York, Singapore.
- E. C. Donaldson., 1989. "*Enhanced Oil Recovery : in Enhanced Oil Recovery, I, Fundamental and Analyses*". Amsterdam: Elsevier Science Publishing Company. Inc, p. 499.
- Elliott, Mark. 1999. "*Superabsorbent Polymer*". Product Development Scientist for SAP". BASF Aktiengesellschaft.
- Erizal., Dian Pribadi Perkasa., Basril Abbas., Sudirman., dan Sulistioso G.S. 2014. "*Fast Swelling Superabsorbent Hydrogels Starch Based Prepared by*

- Gamma Radiation Techniques*". National Nuclear Energy Agency,. Indo. J. Chem., 14 (3), 246 – 252.
- Garner, Charles M., Matthew Nething, and Phuc Nguyen. 1997. "*Synthesis of a Superabsorbent Polymer*". Baylor University. Journal of Chemical Education. 74(1):95-96.
- Ge. dan Wang. 2014. "*Thermal Preparation of Chitosan-Acrylic Acid Superabsorbent: Optimization, Characteristic and Water Absorbency*". South china University of Technology. Carbohydrate Polymers. 113: 296-303.
- Ghazinezhad, M., Yauheni V. Hryniuk., Leonid P. Krul. 2014." *Preparation of hydrogels via cross-linking of partially hydrolyzed polyacrylamides with potassium persulfate at moderate temperatures*". Belarusian State University. Der Chemica Sinica. 5(5):19-26.
- Ghorai, Soumitra., Asish Sarkar., Asit Baran Panda., dan Sagar Pal. 2013. "*Evaluation of the Flocculation Characteristics of Polyacrylamide Grafted Xanthan Gum/Silica Hybrid Nanocomposite*". Indian School of Mines. pubs.acs.org/IECR.
- Horstmann, dkk. 2017. "*Starch Characteristics Linked to Gluten-Free Products*". University College Cork. MDPI.
- Hossein-zadeh, H. Sadeghzadeh, M. dkk. 2011. "*Preparation and Properties of Carrageenan-g-Poly(Acrylic Acid)/Bentonite Superabsorbent Composite*". Journal of Biomaterials and nanobiotechnology. 2 : 311-317
- Hsu, Shih-Chan., Trong-Ming Don., Wen-Yen Chiu. 2002. "*Free radical degradation of chitosan with potassium persulfate*". National Taiwan University. Polymer Degradation and Stability. 75 :73–83.
- Johnstone S., Johnstone, M., 1961. "*Minerals for the chemical and allied industries*". Chapman and Hall. Second edition. London. 69-75.
- J. W. Harbaugh., 1967. "Carbonate Oil Reservoir Rocks," in *Development In Sedimentology 9A*. Amsterdam: Elsevier PUBLISHING Company, pp. 351-352.
- Khalil, M. I., Kh. Mostafa., A. Hebeish. 1993. "Graft Polymerization of Acrylamide onto Maize Starch using Potassium Persulfate as Initiator". National Research centerr. Dokki. Die Angewandte Makromolekulare Chemie. 213: 43 -54.
- Kotono, H., Sanui, K Ogata,N.,Okano,T & Sakurai, Y. 1991. "*Drug release Off behaviour and deswelling kinetics of thermo-responsive IPNs composed of poly(acrylainide-co-buty methacylate) and poly(acrylate acid)*". Polymer Joumal.10: 1179.

- Kulkarni, Parag., Lakhani Kalwale¹, Ajay Rane¹, dan V.K. Abitha. 2014. *"Synthesis and Characterization of Poly (acrylic acid) / Starch / Bentonite Superabsorbent Polymer Composite"*. Maharashtra Institute of Technology. RRPL. 5(3).
- Kustomo, dkk. 2011. *"Modifikasi Ca-Bentonit menjadi organo bentonit dengan penambahan albumin sebagai adsorben untuk mengurangi dampak pencemaran air oleh limbah logam berat di tambak Tugurejo kota Semarang"*
- Lanthong, P. Nuisin, R. S., Kiatkamjornwong. 2006. *"Graft copolymerization, characterization, and degradation of cassava starch-g-acrylamide/itaconic acid superabsorbents. Carbohydrate Polymers"*. 66: 229-245.
- Li, An., Junping Zhang, dan Aiqin Wang. 2007. *"Utilization of Starch and Clay for the Preparation of Superabsorbent Composite"*. Chinese Academy of Science. Bioresource Technology. 98:327-332.
- Liu, Yuzhang., Baojun Bai., dan Yefei Wang. 2010. *"Applied Technologies and Prospects of Conformance Control Treatments in China"*. Oil & Gas Science and Technology – Rev. IFP Energies nouvelles. 6 : 859-878
- Ma, Guofu., Qian Yang., Feitian Ran., Zhibao Dong., dan Ziqiang Lei. 2015. *"High Performance and Low Cost Composite Superabsorbent Based on Polyaspartic Acid and Palygorskite Clay"*. Northwest Normal University. Applied Clay Science 118 :21–28
- Makadia, C.M., 2000. *"Nanocomposites of Polypropylene by Polymer Melt Compounding Approach"*. University of Massachusetts Lowell: Master of Science Thesis.
- Melamed, dan Pitkanen. 1996. *"Chemical and mineralogical aspects of water-bentonite interaction in nuclear fuel disposal conditions"*. VVT Communities and Infrastructure. ESPOO.
- Nakason C, Wohmang T, Kaesaman A, Kiatkamjornwong S. *"Preparation of cassava starch-graft-polyacrylamide super absorbents and associated composites by reactive blending"*. Carbohydr Polym. 2010;81(2):348–57.
- Namazi, Hassan dan Simin Belali. 2015. *"Starch-g-lactic Acid/Montmorillonite Nanocomposite: Synthesis, Characterization and Controlled Drug Release Study"*. University of Tabriz. Starch/Stärke, 68: 177–187.
- Ogawa, M., Kuroda, K. dan Kato, C. 1989. *"Clay Science"*. 7, 253-251.
- Pal Sagar., T. Nasima., A. Patra., S. Ghosh., A.B. Panda. 2010. *"Microwave assisted synthesis of polyacrylamide grafted dextrin (Dxt-g-PAM): Development and application of a novel polymeric flocculant"*.

Indian School of Mines. International Journal of Biological Macromolecules. 47: 623–631

- Pourjavadi, A., M. S Amini-Fazl., M. Ayyari. 2017. "*Optimization of synthetic conditions CMC-g-poly (acrylic acid)/Celite composite superabsorbent by Taguchi method and determination of its absorbency under load*". Sharif University of Technology. eXPRESS Polymer Letters. 1(8) :488–494.
- Puspasari Tiara. 2012. "*Preparation of Cassave Starch-Based Superabsorbent Polymer nanocomposite (SAPNC)*". King Abdullah University of Science and Technology. Research Gate.
- Rahman, M., Sumardiono., Lasman, A., N., Sudarto., Prihardahy, D.1997. "*Thermal Enhanced Oil Recovery in Indonesia. Prospect of HTGR Application*". Research and Development Center for Oil and Gas Technology Lemigas.
- Raina, C., Singh, S., Bawa, A., and Saxena, D., 2006. "*Some Characteristic of Acetylated, cross-linked and Dual Modified Indian Rice Starches*". European Food Research and Technology. (223) : 561-570.
- Ren, Hao., Zhen Niu, Juan Wang., dan Jing Ning. 2012. "*Comparison of Traditional Methods and Microwave Irradiation Method About Amylum/Acrylic Acid /Acrylamide Polymerization*". intech.
- Singh R, dan Mahto V. 2016. "*Synthesis, characterization and evaluation of polyacrylamide graft starch/clay nanocomposite hydrogel system for enhanced oil recovery*". J Macromol Sci Part B Phys. 55(11):1051–67.
- Sydansk RD. 1990. "*A Newly Developed Chromium(III) Gel Technology*". SPE Res Eng. 5(3):346–52.
- Syuhada., Rachmat Wijaya., Jayatin., Saeful Rohman. 2009. "*Modifikasi Bentonit (Clay) menjadi Organoclay dengan Penambahan Surfaktan*". Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologin. Jurnal Nanosains & Nanoteknologi. 2(1).
- Tomar Singh Rajive., Indu Gupta ., Reena Singhal & A. K. Nagpal. 2007. "*Synthesis of Poly (Acrylamide-co-Acrylic Acid) based Superabsorbent Hydrogels: Study of Network Parameters and Swelling Behaviour*". Polymer-Plastics Technology and Engineering, 46:5, 481-488,
- Tongwa, Paul., Runar Nygaard, dan Baojun Bai. 2013. "*Evaluation of a Nanocomposite Hydrogel for Water Shut-Off in Enhanced Oil Recovery Applications: Design, Synthesis, and Characterization*". Missouri University of Science and Technology. Jurnal Applied Polymer Science.
- Utracki. L., 2004. "*Clay-containing polymeric nanocomposites*". Rapra Technology Limited, Shawbury. 1.

- Wang, Tao., Mahir Turhan., dan Sundaram Gunasekaran. 2004. "*Selected properties of pH-sensitive, biodegradable chitosan-poly(vinyl alcohol) hydrogel*". University of Wisconsin-Madison. Polym Int. 53:911–918.
- Witono R. Judy., Henk Marsman., Inge-Willem Noordergraaf., Hero J. Heeres., Leon P. B. M. Janssen. 2013." *Improved homopolymer separation to enable the application of 1H NMR and HPLC for the determination of the reaction parameters of the graft copolymerization of acrylic acid onto starch*". Groningen University. Carbohydrate Research. 370:38–45.
- Xin Yanyong., Xuan Zhao. 2017. "*Visible Study of Water Shutoff Techniques for Reservoirs with High Permeability Channels*". Earth and Environmental Science. 65 : 012004.
- Zao, Guang., Caili Dai., Ang Chen., Zhihu Yan., Mingwei Zhao. 2015. "*Experimental study and application of gels formed by nonionic polyacrylamide and phenolic resin for in-depth profile control*". China University of Petroleum. Journal of Petroleum Science and Engineering. 135: 552–560.
- Zhang, Genyi., Mahesh Venkatachalam., dan Bruce R. Hamaker. 2006. "*Structural Basis for the Slow Digestion Property of Native Cereal Starches*". West Lafayette, Indiana. Biomacromolecules. 7: 3259-3266.
- Zhang, Junping. Wang, dkk. 2007. "*Synthesis and Characterization of Chitosan-g-Poly(acrylic acid)/Attapulgit Superabsorbent Composites*". Carbohydrate Polymers, 68: 367–374.
- Zhao Guang., Caili Dai., Qing You., Mingwei Zhao., Jianhui Zhao. 2013." *Study on formation of gels formed by polymer and zirconium acetate*". J Sol-Gel Sci Technol . 65:392–398.
- Zhu, Baodong., Dongzhuo Ma., Jian Wang., Jianwei Zhang., Shuang Zhang. 2016. "*Multi-responsive Hydrogel Based on Lotus Root Starch*". College of Chemistry and Chemical Engineering Northeast petroleum University. International Journal of Biological Macromolecules. 89: 599-604.
- Zolfaghari, Reihane., Ali A. Katbab., Javad Nabavizadeh., Ramin Yousefzadeh Tabasi., dan Majid Hossein Nejad. 2005. "*Preparation and Characterization of Nanocomposite Hydrogels Based on Polyacrylamide for Enhanced Oil Recovery Applications*". Amirkabir University. Wiley InterScience.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

LAMPIRAN

A. Perhitungan Bahan pada Kondisi Optimum

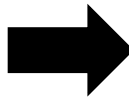
1. Membuat larutan *starch* (10% w/v)
Starch yang harus dilarutkan sebanyak 5 gram dalam 50 ml *aquadest*.
2. Membuat larutan monomer *acrylic acid*
Acrylic acid : *starch* = 3 : 1 (dalam berat) , *acrylic acid* yang harus dilarutkan yaitu 15 gram dengan densitas *acrylic acid* = 1,05 gram/ml dan BM = 72 gram/mol
 $\text{Mol } \textit{acrylic acid} = 15 \text{ gram} : 72 \text{ gram/mol} = 0,2083 \text{ mol}$
Jadi, *acrylic acid* yang harus dilarutkan = 15 gram : 1,05 gram/ml = 14,2857 ml dalam 35 ml *aquadest*.
3. Membuat larutan KPS
KPS yang harus dilarutkan sebanyak 1,25% wt *acrylic acid* = 1,25% x 15 gram = 0,1875 gram dalam 50 ml *aquadest*.
4. Membuat larutan MBA
MBA yang harus dilarutkan sebanyak 1,5% wt *acrylic acid* = 1,5% x 15 gram = 0,225 gram dalam 15 ml *aquadest*.
5. Bentonit yang harus ditambahkan sebanyak 2% wt *acrylic acid* = 2% x 15 gram = 0,3 gram bentonit
6. Netralisasi *acrylic acid* dengan 40% NaOH (%mol)
 $\text{Mol NaOH} = 40\% \times 0,2083 \text{ mol} = 0,0833 \text{ mol}$ dengan BM = 40 gram/mol
NaOH yang harus diambil = 0,0833 mol x 40 gram/mol = 3,332 gram

B. Kode Metode Tes Botol untuk Menentukan Waktu Gelasi (Sydansk, 1990)

A : Gel masih belum terbentuk. Sampel masih memiliki viskositas yang sama dengan larutan polimer asli dan tidak ada gel yang dapat terdeteksi secara visual.



B : Gel sangat mengalir. Larutan sampel sedikit lebih kental dari pada larutan polimer awal.



C : Gel mengalir. Sebagian besar gel jelas terdeteksi secara visual dan mengalir ke tutup botol pada saat botol dibalik.



D : Gel cukup mengalir. Sebagian besar gel yang jelas terdeteksi secara visual dapat mengalir ke tutup botol atau sebagian kecil (sekitar 5-15%) dari gel tidak dapat mengalir ke tutup botol pada saat botol dibalik.



E : Gel sedikit mengalir. Gel yang dapat mengalir ke tutup botol hanya sedikit atau ($>15\%$) dari gel tidak dapat mengalir pada saat botol dibalik.



F : Gel yang sangat mudah berubah. Gel tidak dapat mengalir pada tutup botol pada saat botol dibalik tetapi permukaannya dapat berubah.



G : Gel tidak mengalir dan cukup berubah. Sebagian kecil gel yang tidak dapat mengalir yang susah berubah bentuk.



H : Gel tidak mengalir dan sedikit berubah. Hanya permukaan gel yang tidak mengalir sedikit berubah bentuk pada saat botol dibalik.



I : Gel kaku. Tidak ada perubahan pada permukaan gel saat pembalikan botol.



Keterangan :

Spesifikasi botol yang digunakan : iwaki CTE33

Diameter botol 1,1 cm, tinggi = 12 cm, volume 15 ml, dengan volume gel komposit yang digunakan 3 ml.

C. Data Hasil Penelitian

1. Uji Kapasitas Penyerapan Air Gel Komposit St-g-AA/B

Berat gel komposit St-g-AA/B awal = 0,26 gram

Volume gel komposit St-g-AA/B awal = 0,5 ml

a. Variabel Bentonit 0,5% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	24.7352	94.13538	21.2189	80.61115
60	29.0827	110.8565	23.5865	89.71731
90	30.6010	116.6962	24.9289	94.88038
120	30.7075	117.1058	27.2014	103.6208
150	31.5883	120.4935	29.9193	114.0742
180	33.8070	129.0269	32.0124	122.1246
210	33.8867	129.3335	32.3155	123.2904
240	34.0815	130.0827	37.3620	142.7000

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
30	59	31.5	62

b. Variabel Bentonit 1% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	32.2240	122.9385	32.4453	123.7896
60	36.3202	138.6931	39.0083	149.0319
90	36.8173	140.6050	41.0438	156.8608
120	38.2779	146.2227	41.9200	160.2308
150	39.6319	151.4304	43.0467	164.5642
180	40.7544	155.7477	43.1881	165.1081
210	41.7611	159.6196	43.2913	165.5050
240	42.5282	162.5700	43.3115	165.5827

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
45	89	51	101

c. Variabel bentonit 1,5%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	35.3266	134.8715	35.3475	134.9519
60	37.7202	144.0777	43.1943	165.1319
90	39.7786	151.9946	45.7086	174.8023
120	40.4449	154.5573	48.0843	183.9396
150	41.8940	160.1308	48.1669	184.2573
180	42.3443	161.8627	49.4240	189.0923
210	44.2020	169.0077	50.5311	193.3504
240	45.3961	173.6004	50.5628	193.4723

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
58	115	70	139

d. Variabel bentonit 2%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	40.7522	155.7392	37.1708	141.9646
60	41.6177	159.0680	48.5945	185.9019
90	41.8314	159.8700	51.5752	197.3661
120	42.8709	163.8880	52.5684	201.1861
150	46.8810	179.3115	52.5960	201.2923
180	49.0280	187.5692	53.3474	204.1823
210	51.6392	197.6123	53.7583	205.7626
240	52.9529	202.6650	53.8044	205.9400

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
77	153	79	157

e. Variabel bentonit 2,5% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	28.9288	110.2646	32.3290	123.3423
60	36.3179	138.6842	42.4102	162.1162
90	38.0983	145.5319	44.4746	170.0562
120	42.6477	163.0296	45.8228	175.2415
150	43.8495	167.6519	45.8405	175.3096
180	45.0096	172.1138	45.9202	175.6162
210	47.0282	179.8777	46.0602	176.1546
240	47.0902	180.1162	46.0843	176.2473

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
62	123	60	119

f. Variabel bentonit 3% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	24.7139	94.05346	31.2388	119.1492
60	27.8377	106.0681	35.4539	135.3612
90	32.3189	123.3035	36.1605	138.0788
120	33.5247	127.9412	37.4655	143.0981
150	34.6048	132.0955	37.4864	143.1785
180	36.6902	140.1162	38.4000	146.6923
210	37.6953	143.9819	39.0885	149.3404
240	37.7037	144.0142	39.1716	149.6600

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
32	63	36	71

g. Variabel bentonit 3,5% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	20.0704	76.1938	29.0866	110.8715
60	20.4634	77.7053	32.1150	122.5192
90	21.5747	81.9796	34.0436	129.9369
120	22.6304	86.0400	34.1209	130.2342
150	24.6510	93.8115	34.5992	132.0738
180	26.6699	101.5765	34.7172	132.5277
210	27.6895	105.4981	35.1873	134.3358
240	27.7015	105.5442	35.4711	135.4273

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
25	49	30.5	60

h. Variabel bahan jaringan (*Crosslinker*) 0,5% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	23.4399	89.15346	25.5121	97.12346
60	27.0220	102.9308	27.6630	105.3962
90	28.3681	108.1081	31.7544	121.1323
120	30.0104	114.4246	34.1965	130.5250
150	33.0585	126.1481	36.7604	140.3862
180	35.1031	134.0119	37.2567	142.2950
210	39.1640	149.6308	37.3627	142.7027
240	39.1882	149.7238	37.4151	142.9042

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
34	67	31.5	62

i. Variabel bahan jaringan (*Crosslinker*) 0,75%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	24.4228	92.93385	27.8633	106.1665
60	29.5939	112.8227	32.8323	125.2781
90	34.6605	132.3096	41.7331	159.5119
120	35.1893	134.3435	47.0361	179.9081
150	38.2754	146.2131	41.4666	158.4869
180	41.1393	157.2281	42.5333	162.5896
210	39.2985	150.1481	42.6470	163.0269
240	39.9840	152.7846	43.0151	164.4427

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
37	73	49.5	98

j. Variabel bahan jaringan (*crosslinker*) 1%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	25.1365	95.67885	28.2938	107.8223
60	27.9183	106.3781	30.1847	115.0950
90	31.9296	121.8062	35.5974	135.9131
120	35.7441	136.4773	37.6173	143.6819
150	40.5223	154.8550	41.8617	160.0065
180	42.5366	162.6023	42.9155	164.0596
210	42.5730	162.7423	43.9335	167.9750
240	44.0636	168.4754	45.3490	173.4192

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
52.5	104	58	115

k. Variabel bahan jaringan (*crosslinker*) 1,25% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	26.0203	99.0781	29.4474	112.2592
60	28.1286	107.1869	36.8983	140.9165
90	36.6122	139.8162	40.0425	153.0096
120	39.6239	151.3996	43.1365	164.9096
150	43.7867	167.4104	45.1428	172.6262
180	47.3165	180.9865	49.2201	188.3081
210	47.7006	182.4638	49.5105	189.4250
240	47.8355	182.9827	50.2134	192.1285

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
63	125	69	137

l. Variabel bahan jaringan (*Crosslinker*) 1,5% wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	26.4518	100.7377	28.4213	108.3127
60	34.1520	130.3538	36.0265	137.5635
90	38.2166	145.9869	44.3549	169.5958
120	46.2551	176.9042	46.5499	178.0381
150	48.2756	184.6754	49.5775	189.6827
180	50.3974	192.8362	51.6165	197.5205
210	51.5065	197.1019	51.6375	197.6058
240	52.3106	200.1946	53.1303	203.3473

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
74	147	76.5	152

m. Variabel bahan jaringan (*crosslinker*) 1,75%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	31.3742	119.6700	27.7490	105.7269
60	36.7419	140.3150	31.3661	119.6388
90	38.7974	148.2208	36.6439	139.9381
120	42.8046	163.6331	38.6218	147.5454
150	45.3654	173.4823	42.0188	160.6108
180	45.4664	173.8708	42.2224	161.3938
210	45.4970	173.9885	43.3003	165.5396
240	45.5950	174.3654	43.3083	165.5704

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
54	107	50	99

n. Variabel bahan jaringan (*crosslinker*) 2%wt *acrylic acid*

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	29.4782	112.3777	25.7954	98.2130
60	31.2254	119.0977	31.5292	120.2662
90	34.6854	132.4054	35.8924	137.0477
120	36.7845	140.4788	36.9433	141.0896
150	37.5562	143.4469	37.1246	141.7869
180	37.8148	144.4415	38.1732	145.8200
210	42.8958	163.9838	38.3013	146.3127
240	43.7797	167.3835	38.9537	148.8219

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
52	103	34	67

o. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 0,2

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	8.4292	31.4200	10.3002	38.6162
60	11.5824	43.5477	12.6774	47.7592
90	13.0235	49.0904	13.4334	50.6669
120	13.5934	51.2823	14.7011	55.5427
150	13.9592	52.6892	15.4664	58.4862
180	14.2285	53.7250	16.4444	62.2477
210	14.3685	54.2635	16.7535	63.4365
240	14.5326	54.8946	17.0207	64.4642

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
20.5	40	25	49

p. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 0,5

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	13.9105	52.5019	12.9829	48.9342
60	14.7280	55.6462	17.1980	65.1462
90	15.5009	58.6188	17.6909	67.0419
120	15.7557	59.5988	18.9687	71.9565
150	16.0199	60.6150	19.9785	75.8404
180	16.1345	61.0558	20.4241	77.5542
210	16.5070	62.4885	20.5570	78.0654
240	16.5546	62.6715	20.9202	79.4623

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
23	45	27.5	54

q. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 1

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	17.9151	67.9042	17.0312	64.5046
60	21.0738	80.0531	22.2746	84.6715
90	23.3240	88.7077	23.2760	88.5231
120	23.4996	89.3831	23.4996	89.3831
150	23.6906	90.1177	23.8299	90.6535
180	24.3389	92.6112	24.2101	92.1158
210	24.4960	93.2154	24.4012	92.8508
240	24.6740	93.9000	24.8320	94.5077

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
28.5	56	29	57

r. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 2

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	29.0153	110.5973	26.8714	102.3515
60	36.7766	140.4485	34.3811	131.2350
90	40.5314	154.8900	43.6697	166.9604
120	44.2370	169.1423	46.7026	178.6254
150	47.2274	180.6438	49.7414	190.3131
180	50.7606	194.2331	50.9523	194.9704
210	52.3453	200.3281	51.8781	198.5312
240	52.6988	201.6877	52.0998	199.3838

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
74.5	148	74	147

s. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 3

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	59.2843	227.0165	60.5777	231.9912
60	63.9224	244.8554	66.5632	255.0123
90	68.5505	262.6558	71.8078	275.1838
120	72.1140	276.3615	75.4452	289.1738
150	75.5688	289.6492	77.9704	298.8862
180	78.1117	299.4296	79.7178	305.6069
210	78.5355	301.0596	80.4676	308.4908
240	78.7342	301.8238	80.6265	309.1019

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
84	167	87	173

t. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 4

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	39.4091	150.5735	37.2026	142.0869
60	44.3997	169.7681	42.5008	162.4646
90	46.6456	178.4062	45.2075	172.8750
120	47.0393	179.9204	46.7613	178.8512
150	47.2115	180.5827	47.2160	180.6000
180	47.7629	182.7035	47.8936	183.2062
210	48.3084	184.8015	48.3084	184.8015
240	48.5466	185.7177	48.5136	185.5908

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
63	126	63	126

u. Variabel rasio *acrylic acid* : *starch* = 5

Waktu (menit)	Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)	Berat Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Berat (gram/gram)
30	36.2260	138.3308	32.1100	122.5000
60	38.5603	147.3088	37.1753	141.9819
90	40.4474	154.5669	38.6914	147.8131
120	41.1579	157.2996	41.1478	157.2608
150	42.1579	161.1458	41.8119	159.8150
180	42.4581	162.3004	42.4581	162.3004
210	43.1696	165.0369	43.6606	166.9254
240	43.4173	165.9896	43.9233	167.9358

Percobaan ke-1		Percobaan ke-2	
Volume Gel Komposit Akhir (ml)	Rasio Volume (ml/ml)	Volume Gel Komposit Akhir (gram)	Rasio Volume (ml/ml)
50.5	100	52	103

D. Uji Waktu Gelasi

a. Pada suhu 30°C dengan variasi konsentrasi gel komposit St-g-AA/B

Percobaan ke-1

Konsentrasi Larutan Gel (%)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Waktu (menit)	Kode Gel				
5	B	B	B	D	D
10	B	B	C	D	E
15	B	B	C	D	E
20	B	B	C	D	F
25	B	B	C	D	F
30	B	C	C	D	F
35	B	C	C	D	F
40	B	C	C	D	G
45	B	C	C	E	H
50	B	C	C	E	H
55	B	C	D	E	H
60	B	C	D	E	H

Percobaan ke-2

Konsentrasi Larutan Gel (%)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Waktu (menit)	Kode Gel				
5	B	B	B	D	D
10	B	B	B	D	E
15	B	B	C	D	E
20	B	B	C	D	F
25	B	B	C	D	F
30	B	C	C	D	F
35	B	C	C	D	F
40	B	C	C	D	H
45	B	C	C	D	H
50	B	C	D	E	H
55	B	C	D	E	H
60	B	C	D	E	H

Percobaan ke-3

Konsentrasi Larutan Gel (%)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Waktu (menit)	Kode Gel				
5	B	B	B	D	D
10	B	B	C	D	E
15	B	B	C	D	F
20	B	B	C	D	F
25	B	C	C	D	F
30	B	C	C	D	F
35	B	C	C	D	F
40	B	C	C	D	H
45	B	C	D	D	H
50	B	C	D	E	H
55	B	C	D	E	H
60	B	C	D	E	H

- b. Dengan konsentrasi gel 0,5% pada suhu 30°C dan 60°C

Suhu Gel (C)	30 C	60C
Waktu (menit)	Kode Gel	
5	D	C
10	E	D
15	F	D
20	F	D
25	F	D
30	F	E
35	F	F
40	H	F
45	H	F
50	H	G
55	H	G
60	H	G

E. Kekuatan Mekanik Gel Komposit St-g-AA/B

- a. Kekuatan Gel Komposit St-g-AA/B dengan Berbagai Konsentrasi Gel pada suhu 30°C

Konsentrasi Gel	0.10%	0.20%	0.30%	0.40%	0.50%
P (bar) Percobaan 1	0.37	0.41	0.57	0.59	0.68
P (bar) Percobaan 2	0.35	0.43	0.58	0.61	0.64
P (bar) Percobaan 3	0.38	0.42	0.56	0.6	0.69
P (bar) Percobaan 4	0.35	0.43	0.57	0.57	0.68
P (bar) Percobaan 5	0.37	0.42	0.57	0.58	0.67
P (rata-rata) bar	0.364	0.422	0.57	0.59	0.672
P (MPa)	0.0364	0.0422	0.057	0.059	0.0672

- b. Kekuatan Gel dengan Konsentrasi 0,3% pada berbagai suhu

Suhu °C	30	60	90	100	110
P (bar) Percobaan 1	0.57	0.44	0.38	0.35	0.34
P (bar) Percobaan 2	0.58	0.45	0.37	0.31	0.32
P (bar) Percobaan 3	0.56	0.46	0.38	0.37	0.33
P (bar) Percobaan 4	0.57	0.45	0.38	0.36	0.33
P (bar) Percobaan 5	0.57	0.47	0.39	0.36	0.34
P (rata-rata) bar	0.57	0.454	0.38	0.35	0.332
P (MPa)	0.057	0.0454	0.038	0.035	0.0332

BIODATA PENULIS



Penulis dilahirkan di Banyuwangi, 20 Juni 1992 yang merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Penulis telah menyelesaikan pendidikan S1 Teknik Kimia di Fakultas Teknik Universitas Sebelas Maret Surakarta (UNS) tahun 2015. Penulis melanjutkan kembali pendidikan S2 tahun 2017 untuk meraih gelas Magister Teknik (M.T.) di Teknik Kimia FTI-ITS dengan beasiswa dari Lembaga Pengelola Dana Pendidikan (LPDP). Penulis juga sempat menulis artikel ilmiah untuk seminar nasional maupun internasional.

Email : itrias17@yahoo.com